



Etude des liens entre hétérogénéités de déformation et mécanismes de recristallisation. Application au cuivre et ses alliages

Philippe Gerber

► To cite this version:

Philippe Gerber. Etude des liens entre hétérogénéités de déformation et mécanismes de recristallisation. Application au cuivre et ses alliages. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris 13, 2002. Français. NNT: . tel-01178387

HAL Id: tel-01178387

<https://theses.hal.science/tel-01178387>

Submitted on 19 Jul 2015

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE

présentée pour l'obtention du titre de

DOCTEUR

de

L'UNIVERSITÉ PARIS XIII

Spécialité Mécanique option Matériaux

par

Philippe GERBER

Sujet de thèse

Etude des liens entre hétérogénéités de déformation et mécanismes de recristallisation. Application au cuivre et ses alliages.

soutenue le 20 décembre 2002

devant le jury composé de :

Rapporteurs : M. Frank MONTHEILLET
M. René LE GALL

Examinatrice : Mme Colette REY

Directrice de thèse : Mme Brigitte BACROIX

Co-encadrant : M. Jacek TARASIUK

Invités : M. Stefan ZAEFFERER
M. Philippe VEKEMANS

Thèse préparée au sein du
Laboratoire des Propriétés Mécaniques et Thermodynamiques des Matériaux
UPR CNRS 9001, Institut Galilée, Université Paris 13.

Remerciements

Ce travail de thèse a fait l'objet d'une collaboration entre le Laboratoire des Propriétés Mécaniques et Thermodynamiques des Matériaux (LPMTM - CNRS, Université Paris XIII) et l'Université de Métallurgie de Cracovie en Pologne.

Je remercie chaleureusement Brigitte Bacroix pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire et pour avoir su me faire confiance en me soumettant un sujet de recherche quelque peu ambitieux, mais des plus intéressants. Cette étude n'aurait pu être ce qu'elle est sans la participation de Jacek Tarasiuk, qui, grâce à l'obtention d'un poste PAST à l'Institut Galilée, a pu et su mettre à profit ses connaissances de la simulation et des méthodes d'analyse et de calcul dans le cadre de ce travail. Je suis conscient du rôle qu'il a lui même joué et le remercie pour m'avoir permis de progresser ces trois dernières années tant du point de vue professionnel que personnel.

La société GRISET (en particulier messieurs Philippe Vekemans et Philippe Bertrand) est également remerciée pour avoir fourni l'ensemble des matériaux cuivre et laiton- α .

Messieurs Frank Montheillet et René Le Gall ont sans hésitation accepté de participer à mon jury de thèse en tant que rapporteurs; je leur en suis reconnaissant.

Je souhaite témoigner toute ma gratitude à Madame Colette Rey pour avoir présidé mon jury de thèse, et à Messieurs Stephan Zaefferer et Philippe Vekemans (de la société Griset) pour avoir accepté d'être membres invités.

Je remercie également les personnels du laboratoire qui ont contribué à faire que ce travail de thèse, en grande partie expérimentale, soit. En particulier, Rémi Chiron - pour les mesures de microscopie électronique à balayage et EBSD - Thierry Chauveau - pour toutes les mesures par diffraction des rayons X -, Vincent Richard et Fabienne Grégori - pour les mesures de microscopie électronique en transmission.

Enfin un grand merci à Olivier Castelnau, Renald Brenner, Alexis Miroux, Nils Letouzé, Christelle Cabus, Monique Morel, Danièle Chaubet, José Quazza, Marie-Hélène Chavanne, Nathalie Duros, Bob Lemaitre, Mourad Chérif, Miguel Charlotte... qui ont eu la patience de supporter et tolérer mes sautes d'humeur.

Table des matières

Introduction	7
1 Etude bibliographique	11
1.1 Etape de déformation	11
1.1.1 Développement des textures de déformation	11
1.1.2 Mécanismes de déformation plastique	16
1.1.3 Energie de faute d'empilement	18
1.1.4 Développement de la microstructure et des hétérogénéités de déformation	19
1.1.5 Liens entre énergie stockée, déformation plastique et orientation cristalline	21
1.2 Etape de restauration/recristallisation	24
1.2.1 Généralités	24
1.2.2 Restauration / Recristallisation statiques	25
1.2.3 Restauration / Recristallisation dynamiques	28
1.2.4 Développement des textures de recristallisation	29
1.2.5 Liens entre énergie stockée et recristallisation	39
1.3 Conclusions	40
2 Etude expérimentale	43
2.1 Matériaux d'étude	43
2.1.1 Types de matériaux	43
2.1.2 Traitements thermomécaniques appliqués	45
2.2 Techniques expérimentales	47

2.2.1	Mesures de microdureté	47
2.2.2	Mesures des textures par diffraction des rayons X	48
2.2.3	Mesures des densités de dislocations par analyses de profils de dif- fraction des rayons X	52
2.2.4	Mesures des orientations locales dans le microscope électronique à balayage par EBSD (Electron Back Scattered Diffraction)	55
2.2.5	Etude par microscopie électronique en transmission	67
3	Résultats	69
3.1	Traitements thermomécaniques	70
3.1.1	Cuivre électrolytique	70
3.1.2	Laitons- α	70
3.2	Détermination des températures de recristallisation	71
3.3	Mesures des textures globales par diffraction des rayons X	73
3.3.1	Cuivre électrolytique	73
3.3.2	Laitons- α	85
3.4	Mesures locales des orientations	93
3.4.1	Cuivre électrolytique	93
3.4.2	Laitons- α	127
3.5	Microstructures	137
3.6	Mesures d'énergie stockée	140
3.7	Discussion	144
3.7.1	Texture de déformation, énergie stockée et microstructure: para- mètres clés dans le développement de la texture de recristallisation du cuivre	144
3.7.2	Texture et microstructure avant déformation: influences sur les mé- canismes de recristallisation	148
3.7.3	Effet de la composition en zinc dans l'alliage Cu-%Zn sur les textures de recristallisation	149
4	Simulation numérique	153
4.1	Description du modèle	154

4.1.1	Généralités	154
4.1.2	Distribution des orientations cristallines	154
4.1.3	Distribution de l'énergie stockée	154
4.1.4	Energie de joint	155
4.1.5	Hypothèses de germination	156
4.1.6	Algorithme Monte-Carlo	156
4.2	Résultats	157
4.2.1	Evaluation de la cinétique de recuit	158
4.2.2	Microstructure et taille de grains	158
4.2.3	Texture cristallographique	160
4.3	Conclusions	162
Conclusions et perspectives		163
A Textures cristallographiques		177
A.1	Généralités	177
A.2	Figure de pôles	178
A.3	Fonction de distribution des orientations	178
A.3.1	Définition	178
A.3.2	Calculs des FDO à partir de mesures expérimentales	179
B Représentation des principales orientations idéales des textures de dé-		
formation et de recristallisation dans les métaux cfc		181
B.1	Principales orientations idéales	181
B.2	Représentations	182
B.2.1	Figures de pôles	182
B.2.2	FDO	183
C Profils de cornes		185
D Description et propriétés des principaux joints de grains		189
E Définition de l'indice de qualité q		191

F	Mesures de diffraction des rayons X durs	193
F.1	Préparation des échantillons de mesures	193
F.2	Principe de mesure	194
F.3	Résultats	195

Introduction

La recristallisation des matériaux métalliques, en particulier des métaux cfc, fait l'objet de nombreuses études suscitées depuis plusieurs années par des besoins industriels de plus en plus exigeants. En effet, la contribution à l'amélioration des traitements thermomécaniques dans le but d'un meilleur contrôle de l'anisotropie finale des matériaux métalliques exige entre autres la maîtrise du processus de recristallisation suivant toute étape de déformation à froid (appelée alors *recristallisation statique*), permettant la restitution des propriétés originelles des matériaux; processus incontournable dans la mise en oeuvre des matériaux métalliques et techniquement simple à mettre en place, mais d'un certain degré de complexité, les mécanismes induits n'étant pas encore bien compris à l'heure actuelle. Les hypothèses issues des nombreux travaux réalisés ces dernières décennies ne pouvant expliquer clairement les évolutions texturales et microstructurales au cours de la recristallisation partant d'un état déformé donné, l'accumulation de données expérimentales nouvelles et originales reste nécessaire.

Dans le cas de traitements thermomécaniques industriels du cuivre et de ses alliages (laitons- α), après étape de laminage à chaud, les matériaux subissent en général un laminage à froid à température ambiante produisant une texture cristallographique marquée, pour laquelle la distribution des orientations est principalement fonction du taux de déformation et de la composition de l'alliage. S'ensuit une étape de recuit permettant d'une part d'éliminer l'ensemble des défauts créés lors de la déformation, et d'autre part de régénérer une microstructure de morphologie granulaire nouvelle. Si les travaux ces dernières années ont permis une meilleure compréhension des mécanismes de déformation et des textures produites par laminage grâce aux nombreuses études couplant expérimentation et modélisation (cf. chapitre 1, paragraphe 1.1), les mécanismes induits lors de l'étape de recristallisation sont encore le sujet d'hypothèses variées, et parfois contradictoires. Après déformation à froid aux forts taux de réduction et recristallisation du cuivre pur, la texture de déformation conduit à une texture constituée par une orientation unique en son sein. Cette dernière, l'orientation Cube $\{100\}\langle 001 \rangle$, provoque une anisotropie indésirable dans certains cas. Lors de la formation d'emboutis par exemple (cf. annexe C), cette texture provoque l'apparition de cornes situées à 0 et 90° de la direction de laminage. Toujours dans le cas du cuivre, il existe un seuil critique de déformation en-dessous duquel l'orientation Cube n'est plus unique, mais est accompagnée d'un certain nombre d'orientations conduisant à disperser la texture cristallographique. L'anisotropie est alors minimisée dans

ce cas, la texture développée pouvant s'apparenter à une texture isotrope. Dans le cas des alliages de cuivre de type laitons- α (Cu-%Zn), la distorsion du réseau, provoquée par l'ajout d'atomes de zinc au sein du matériau cuivre, entraîne la production d'une texture et d'une microstructure relativement éloignées de celles obtenues dans le cuivre après déformation à froid. Il s'ensuit bien sûr le développement d'une texture de recristallisation qui diffère en fonction du taux de zinc dans l'alliage, plus difficile à comprendre que dans le cas du cuivre, puisqu'en même temps que la présence de la composante Cube, il est observé l'existence de la composante BR $\{236\}\langle 385 \rangle$, orientation de recristallisation caractéristique majoritaire dans le cas d'alliages Cu-%Zn fortement alliés.

Le contrôle de l'anisotropie en fin de traitement thermomécanique passe donc par la compréhension des mécanismes de recristallisation (et par conséquent, cette approche se concrétise par une étude des évolutions de la texture cristallographique et de la microstructure au cours du recuit), processus en général décrit par les deux étapes consécutives: *germination* et *croissance* des nouveaux grains à l'intérieur même de la matrice déformée. Etant tous deux des phénomènes locaux qui dépendent d'un certain nombre de paramètres intrinsèques tels que l'énergie stockée et l'énergie de joints de grains, l'apport d'informations à cette échelle est facilité ces dernières années par les techniques expérimentales développées. En particulier, la technique d'Electron Back-Scattered Diffraction (EBSD) permet l'acquisition rapide de données avec une résolution de l'ordre du μm , outil indispensable autorisant le suivi des orientations locales lors des processus de germination et de croissance.

Après une présentation très synthétique des principales hypothèses et résultats expérimentaux, ainsi que de la problématique concernant le développement des textures de déformation (paragraphe 1.1.1) et des caractéristiques microstructurales obtenues après de grandes déformations (cf. paragraphe 1.1.4), les principales théories concernant les mécanismes de recristallisation basées sur l'étude des évolutions des textures de recristallisation dans les matériaux cuivre et alliages laitons- α sont explicitées au paragraphe 1.2.4. Une attention toute particulière est portée sur les études expérimentales les plus récentes ayant permis l'apport d'informations nouvelles concernant les mécanismes de recristallisation dans les métaux et alliages cfc (cf. paragraphe 1.2.4). Les principaux résultats de notre travail, basé sur une étude de caractérisation des matériaux laminés, partiellement recristallisés et recristallisés, cuivre et laitons- α (pour deux compositions massiques en zinc de 15 et 33 %) par diffraction X - en réflexion et en transmission (cf. annexe F), rayons X haute énergie dans le cas de l'acquisition de profils de raies - et par microscopie électronique - à balayage et en transmission -, permettent d'évaluer l'influence de l'état déformé sur l'étape de recristallisation. En particulier, il est souligné la nécessité d'une différence d'énergie stockée minimale afin de produire, dans le cas du cuivre, une texture de recristallisation de type Cube. Par une approche des orientations locales par EBSD (cf. paragraphe 3.4), la relation entre hétérogénéités de déformation et mécanismes de germination est mise en avant. Cette étude expérimentale est suivie d'une partie modélisation de type Monte-Carlo - simulation de la croissance des grains au cours de la recristallisation - permettant

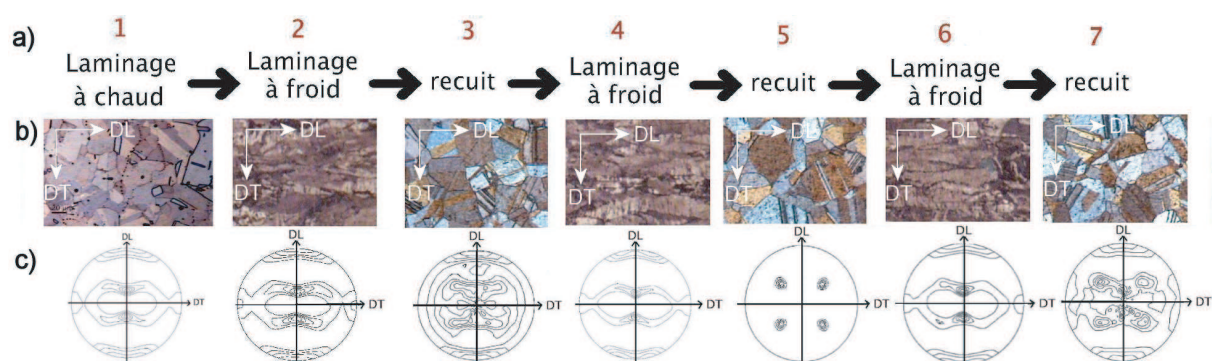


FIG. 1 – *Traitement thermomécanique industriel dans le cas d'un cuivre pur. a) Schéma du process. b) Evolution de la microstructure révélée par microscopie optique. c) Evolution de la texture cristallographique par considération des figures de pôles des familles de plans $\{111\}$.*

de confirmer certaines des hypothèses émises concernant les étapes de germination et de croissance (cf. chapitre 4).

Problématique et objectifs

La mise en forme des matériaux métalliques provoque l'apparition d'une anisotropie cristalline, de degré variable en fonction du traitement thermomécanique imposé au matériau. Cette anisotropie, en particulier après de fortes déformations, peut conduire à une forte hétérogénéité des propriétés mécaniques (cf. annexe C), physiques et/ou chimiques. La figure 1 présente les évolutions microstructurales et texturales du cuivre au cours d'un traitement thermomécanique de type industriel.

Dans le but de comprendre les évolutions des textures cristallographiques et des microstructures des matériaux polycristallins lors de traitements thermomécaniques, étude que nous axons principalement sur l'étape de recuit, il est nécessaire de répondre aux questions suivantes:

- * Quelle est l'influence de l'état déformé sur la recristallisation (influences de l'énergie stockée, de la texture cristallographique, de la microstructure produite après déformation...)?

- * Quelle est l'influence de la composition en zinc au sein de l'alliage Cu-%Zn sur le comportement du matériau lors du processus de recuit?

- * Quels sont les mécanismes que contrôlent les deux étapes de la recristallisation, en l'occurrence la germination et la croissance?

L'étude présentée tente de répondre à ces questions quelque peu générales, afin, à terme, de pouvoir contrôler l'anisotropie, ou tout du moins de la limiter, lors de la mise en forme industrielle des métaux et alliages.

Chapitre 1

Etude bibliographique

1.1 Etape de déformation

Si nous ne tentons aucunement tout au long de notre approche expérimentale d'expliquer ou de confirmer certaines hypothèses concernant l'étape de déformation plastique en elle-même, une étude bibliographique est cependant nécessaire. En effet, cette étape est responsable des évolutions microstructurales et texturales du polycristal au cours de la déformation, point de départ du processus de recristallisation. En particulier, nous mettons en avant l'évolution des textures globales, leur description détaillée ainsi que les liens existant entre énergie de faute d'empilement, énergie stockée - considérée comme étant le moteur du processus de recristallisation - et déformation plastique, issus des travaux réalisés ces dernières décennies.

1.1.1 Développement des textures de déformation

Nous invitons le lecteur à se familiariser avec la notion de texture cristallographique, brièvement abordée en annexe A. L'apparition - lors d'un processus de déformation - ou le développement - lors de la recristallisation, cf. paragraphe 1.2 - d'une texture cristallographique est fonction d'un certain nombre de paramètres, pour lesquels de faibles variations peuvent occasionner d'importantes modifications, tels que le mode et le taux de déformation, la température à laquelle le processus a lieu (étape de déformation), le temps et la température de recuit (étape de recristallisation). En particulier, dans le cas de la formation d'une texture après un processus de déformation dans le cas des métaux cfc, il a été souligné l'existence d'une *texture de transition* [Humphreys 95], quantifiable par le paramètre d'énergie de faute d'empilement γ_{SFE} (cf. paragraphe 1.1.3).

Dans le cas d'alliages de cuivre, cette texture intermédiaire entre les textures *cuivre-pur* (appelée texture de type Cuivre) et *laitons- α* (appelée texture de type Laiton) est fonction du pourcentage de zinc au sein de l'alliage (figure 1.1).

Cette transition entre les deux textures limites a été mise en évidence par Smallman et Green [Smallman 64]. La texture du métal pur fut observée expérimentalement dans

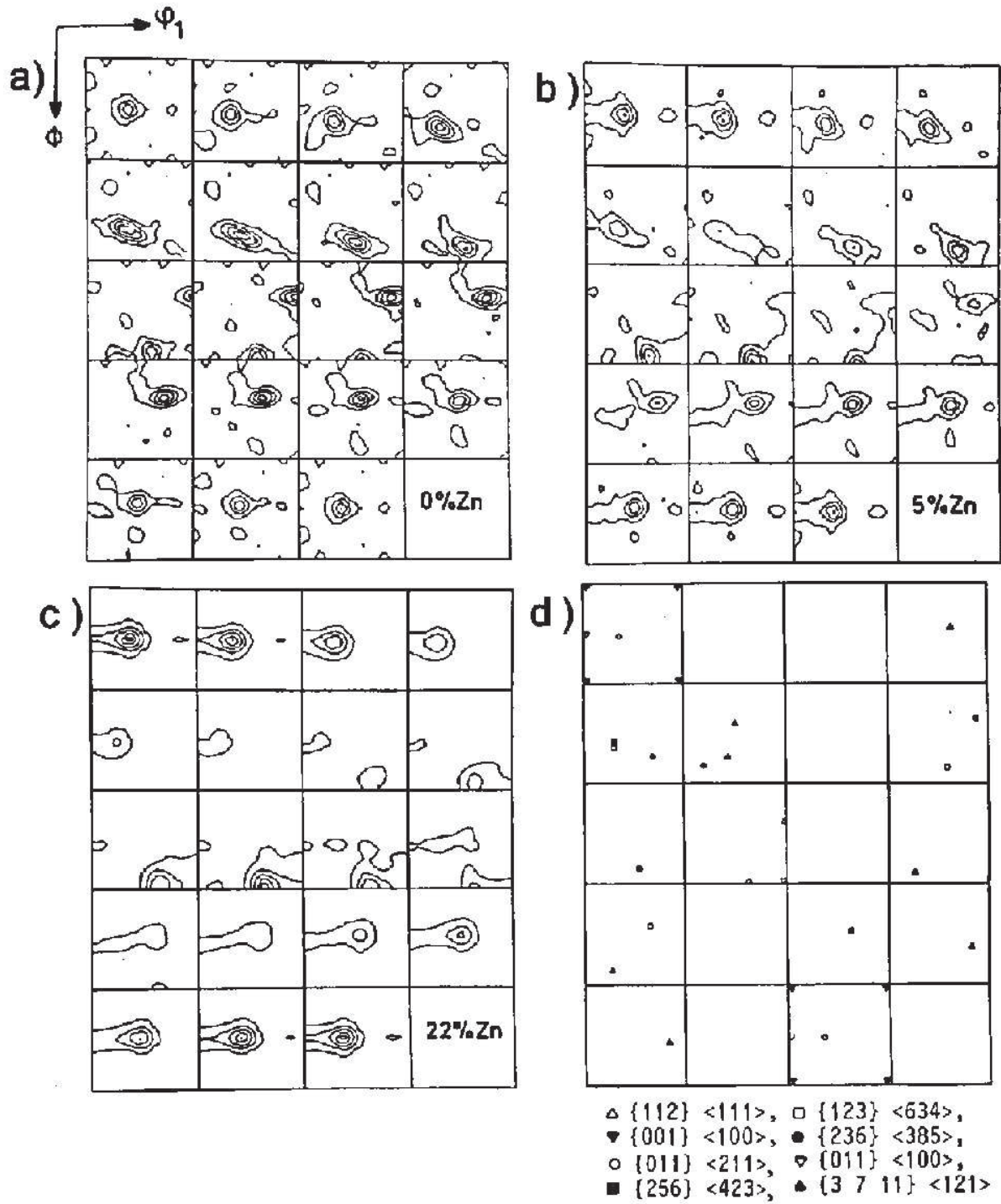


FIG. 1.1 – Coupes à φ_2 constante des FDO calculées après mesures par diffraction des rayons X. a) Texture de type Cuivre. b) Texture de transition. c) Texture de type Laiton. d) Orientations idéales. [Virnich 78a]

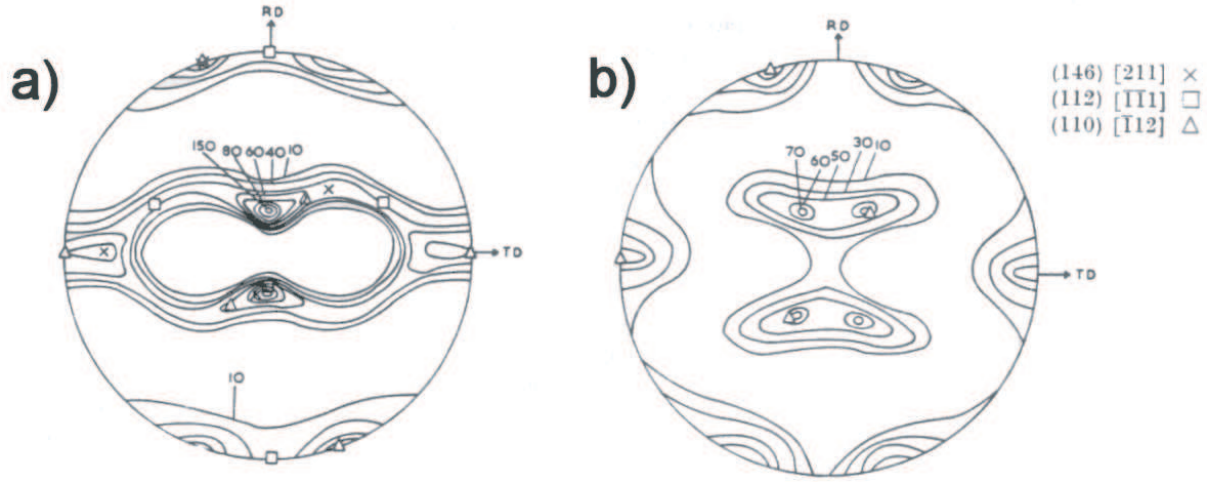


FIG. 1.2 – Figures de pôles $\{111\}$ issues de mesures de textures par diffraction des rayons X. a) Texture de type Cuivre. b) Texture de type Laiton. [Smallman 55]

certaines métaux tels que le cuivre, l'or, l'aluminium [Grewen 78] et le nickel après laminage à température ambiante (laminage à froid, LAF). Elle est principalement constituée par les orientations idéales Bs $\{110\}\langle 112 \rangle$ (orientation dite "Laiton", Bs pour "Brass"), S $\{123\}\langle 634 \rangle$ et C $\{112\}\langle 111 \rangle$ (orientation dite "Cuivre") [Smallman 55] (figure 1.2).

La représentation de cette texture dans l'espace des angles d'Euler à partir de mesures par diffraction des rayons X (DRX) [Bunge 68] a conduit à définir une texture de fibre, appelée β , pour laquelle un "tube" est constitué aux extrémités par les orientations Bs ($\varphi_1 = 35^\circ$, $\phi = 45^\circ$, $\varphi_2 = 0/90^\circ$ et $\varphi_1 = 55^\circ$, $\phi = 90^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ et C ($\varphi_1 = 90^\circ$, $\phi = 35^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$, circulant au travers de l'orientation S ($\varphi_1 = 27^\circ$, $\phi = 64^\circ$, $\varphi_2 = 14^\circ$, $\varphi_1 = 57^\circ$, $\phi = 29^\circ$, $\varphi_2 = 63^\circ$, et $\varphi_1 = 57^\circ$, $\phi = 77^\circ$, $\varphi_2 = 26^\circ$), représentée en trois dimensions à la figure 1.3.

Hirsch a montré en particulier, en étudiant l'influence du taux de déformation sur la distribution des orientations, que cette texture évolue dans le cuivre LAF du type fibre- β pour des valeurs basses et moyennes du taux de déformation à une texture constituée des composantes idéales isolées pour les forts taux de déformation [Hirsch 84] (figure 1.4).

Dans le cas des alliages (Cu-Zn, Cu-Al, Cu-Ge, Ag-Al, Ag-Au, mais également observée dans l'argent pur après LAF¹), la texture de type Laiton est quant à elle constituée par une fibre appelée α allant de l'orientation G (Goss) $\{110\}\langle 001 \rangle$ ($\varphi_1 = 0^\circ$, $\phi = 45^\circ$, $\varphi_2 = 0/90^\circ$ et $\varphi_1 = 90^\circ$, $\phi = 90^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$) à l'orientation Bs (figure 1.3). Les textures de transition peuvent donc inclure l'ensemble des orientations appartenant aux fibres α et β ,

1. La texture de l'argent fut l'objet d'hypothèses diverses. En particulier, il fut mis en avant le fait que l'oxygène contenu dans le métal provoquerait l'apparition de la texture de type Laiton. Cependant, des expériences montrèrent que même pour des taux relativement faibles d'oxygène (< 1 ppm), la texture gardait un caractère renforcé de type Laiton [Hu 61].

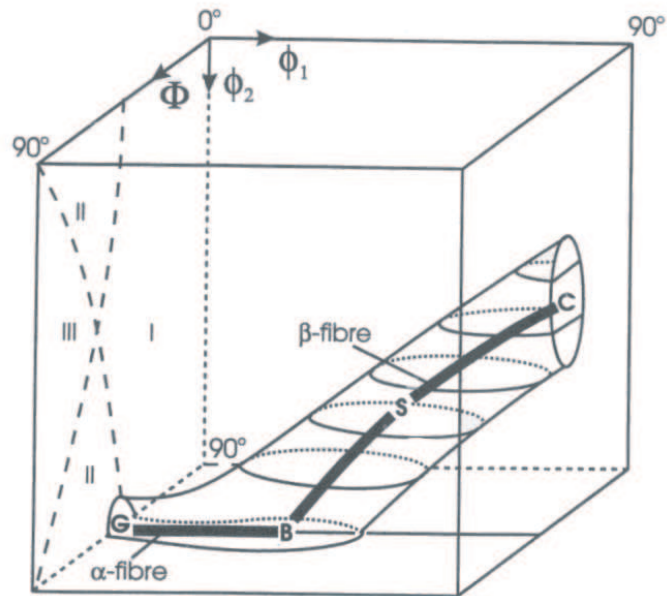


FIG. 1.3 – Représentation schématique des textures de type fibre- α et de type fibre- β dans l'espace réduit des angles d'Euler. [Hirsch 88]

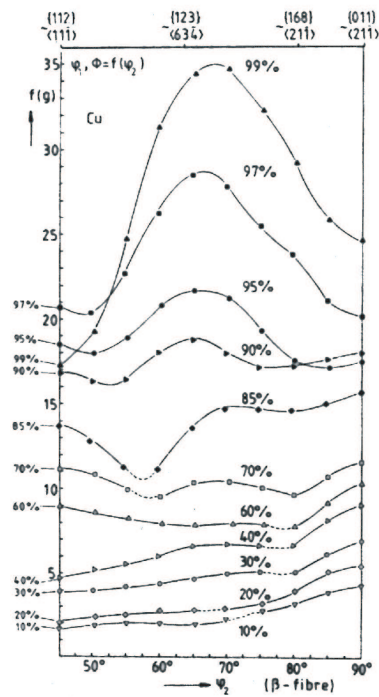


FIG. 1.4 – Evolution de $f(g)$ le long de la fibre- β dans le cas du cuivre pur pour différents taux de déformation par LAF. [Hirsch 84]

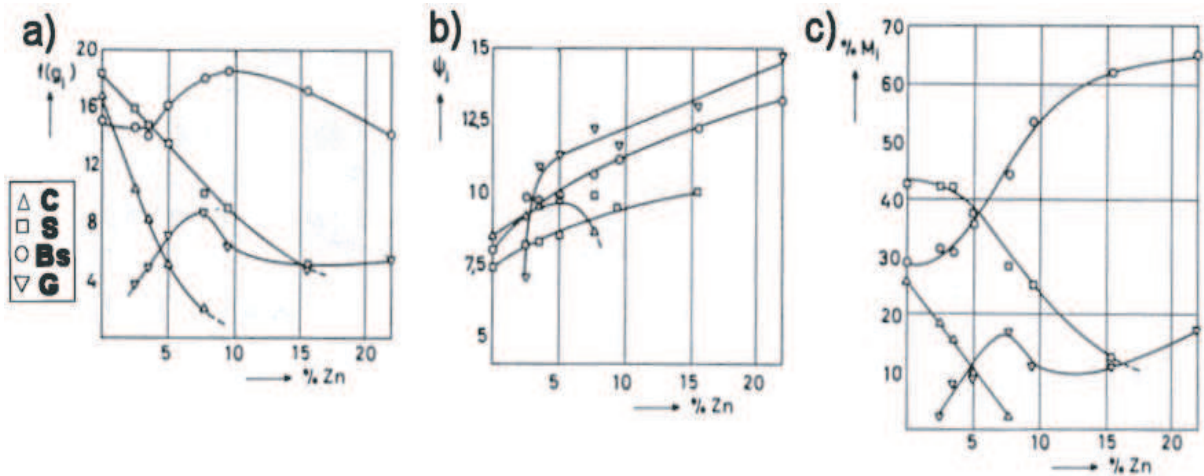


FIG. 1.5 – a) Intensités des pics reliées aux orientations idéales. b) Dispersions en degrés. c) Fractions volumiques. [Virnich 78a]

chacune de ces orientations ayant un poids variable au sein de la texture de déformation, en fonction de l'élément d'addition ainsi que de son pourcentage dans l'alliage considéré. En particulier, soulignons la toute première quantification de l'évolution de la texture après déformation, en fonction du pourcentage de zinc dans les alliages de cuivre (laitons- α) effectuée par Virnich et Lücke [Virnich 78a] basée sur la méthode développée par Truszkowski *et al.* [Truszkowski 73] (méthode de décomposition des FDO en terme de fonctions gaussiennes (FG) associées à chacune des orientations majeures et idéales constituant la texture cristallographique²), permettant de discuter la transformation de la texture en termes de dispersion (en degrés) et fractions volumiques relatives aux composantes idéales. Ils montrent ainsi une augmentation de la dispersion accompagnée d'une diminution des intensités reliées aux maxima des pics des orientations idéales autour de l'ensemble des orientations G, Bs, S et C, reflet d'une perte de l'acuité de la texture avec l'accroissement du pourcentage en zinc (figure 1.5).

Plus tard, Hirsch et Lücke - toujours selon la même méthode de quantification mais redéveloppée [Virnich 78b] - décrivent plus en détails l'évolution des textures dans le cuivre et une série de laitons- α (pour 2,5; 10 et 30 % massique en zinc) laminés à froid pour des taux de réduction variant de 10 à 99 % [Hirsch 88a]. Ils parviennent à la conclusion que la meilleure description des textures cristallographiques après déformation aux forts taux, indépendamment de l'alliage de cuivre Cu-%Zn, passe par une décomposition des FDO en termes de FG avec des dispersions variables relatives aux composantes des textures en question.

2. Cette méthode est explicitée par la suite au chapitre *étude expérimentale*. Celle que nous utilisons est proche de celle appliquée par Virnich et Lücke [Virnich 78a]. Cependant, quelques différences existent et sont soulignées par la suite, ainsi que les avantages et inconvénients propres à chaque approche.

Enfin, la texture de type Laiton peut être observée dans le cuivre (ou dans le cas d'alliages très faiblement alliés) à la place de la texture de type Cuivre après déformation, et inversement, en fonction des conditions. En particulier, la température de déformation joue un rôle crucial, comme l'ont montré Hu et Goodman, réussissant par un laminage à -196°C à produire une texture de type Laiton dans le cuivre électrolytique [Hu 63].

1.1.2 Mécanismes de déformation plastique

Généralités

La déformation plastique à basse température (inférieure ou égale à $1/3$ de la température de fusion) de matériaux métalliques est due aux glissements cristallographiques suivant certaines familles de plans et selon certaines directions (le second mode de déformation dans les métaux étant le maclage, abordé plus loin). En particulier dans les métaux cfc, ces glissements sont actifs sur les plans $\{111\}$ dans les directions $\langle 110 \rangle$ au sein du matériau, soit 12 systèmes de glissement potentiellement actifs (4 plans $\{111\}$ selon chacune des 3 directions de glissement $\langle 110 \rangle$).

Théories de la déformation plastique

Les théories concernant la déformation plastique des polycristaux sont toujours en cours de développement, mais elles sont principalement fondées sur les hypothèses émises dans les années 1920 et 1930 par Sachs et Taylor ([Sachs 28], [Taylor 38]). Après une brève présentation des hypothèses présentées à l'origine par Sachs et Taylor, ainsi que les principaux résultats concernant le développement des textures de déformation dans les métaux cfc, les principes généraux des modèles de type auto-cohérent et éléments finis sont explicités.

* La théorie de Sachs, considérant uniquement un comportement plastique du polycristal, suppose que les grains au sein d'un polycristal sont soumis à un état de contrainte proportionnel à la contrainte macroscopique, et que chacun des grains se déforme indépendamment des grains voisins (absence d'accommodation). Cette hypothèse possède un certain nombre de limites. Elle ne permet pas, par exemple, de rendre compte des différents niveaux de contrainte des grains déformés de différentes orientations. En définitive, cette théorie est peu prédictive en ce qui concerne les textures de déformation, mais elle reproduit cependant la texture de type Laiton [Leffers 68] (l'hypothèse est faite que ce type de texture provient de l'apparition du maclage lors de la déformation et/ou à des hétérogénéités de déformation dans les grains), observée dans certains métaux ou alliages cfc (cf. paragraphe précédent).

* Le modèle de Taylor - plus couramment utilisé pour simuler le développement des textures de déformation - est fondé sur l'hypothèse que la déformation dans chaque grain est égale à la déformation macroscopique (homogène). Le glissement multiple est ainsi rendu possible dans chacun des grains. La théorie de Taylor décrit avec plus de succès, mais

de manière qualitative les textures de déformation des matériaux cubiques. En particulier, elle permet la description de la texture de LAF de type Cuivre (décrite précisément au paragraphe 1.1.1). Cependant le maximum d'intensité n'est pas observé pour l'orientation C, mais proche de l'orientation de Taylor, définie comme étant $\{4\ 4\ 11\} < 11\ 11\ 8 >$. En revanche, ce modèle reproduit difficilement les textures déterminées expérimentalement dans leur intégralité, même s'il permet la description des composantes principales constituant la texture. Par exemple, la texture de déformation de type Laiton n'est pas reproduite par cette théorie, si le mécanisme de maclage n'est pas ajouté comme mécanisme de déformation potentiel [Houtte 78]. Ces différences pourraient être dues aux hétérogénéités intragranulaires de déformation, décrites par Dillamore et Katoh en termes de grains "durs" et grains "mous", se comportant différemment lors de la déformation, cette dernière catégorie de grains s'orientant plus aisément [Dillamore 74]. La description par Dillamore et Katoh de la variation de la déformation grain à grain les conduit à réévaluer la théorie de Taylor proposée initialement dans le but de prévoir les évolutions de texture lors de la déformation. Ainsi, le *modèle de Taylor relâché* qui consiste à libérer certaines composantes du tenseur de déformation se justifie lorsque la microstructure est supposée être constituée de grains non-équiaxes [Honneff 78]. Kocks et Canova montrèrent la nécessité d'une combinaison des deux types de modèle de Taylor, le passage du premier au second se faisant lors de l'augmentation du taux de déformation [Kocks 81]. La fraction de grains déformés sous une contrainte "relâchée" augmente tandis que la forme des grains devient plus allongée; cette fraction n'atteignant jamais la valeur maximale, car la déformation du volume de matériau proche des joints de grains est décrite de la meilleure façon selon le modèle de Taylor. Le modèle de Taylor relâché permet ainsi une meilleure description des textures de déformation [Honneff 78]. En effet, le modèle de Taylor "relâché" prévoit la production des composantes C et S relativement marquées.

* Les modèles auto-cohérents sont mathématiquement beaucoup plus complexes, et sont fondés sur le modèle d'inclusion d'Eshelby [Eshelby 57]. Ces modèles prennent en compte un état de contraintes pour chaque inclusion déformée dans le milieu homogène équivalent. Le premier modèle fut développé par Kröner en 1958 [Kröner 58], partant de l'hypothèse que chaque grain d'un polycristal est contenu au sein d'un continuum isotrope. Ces modèles offrent une meilleure description des textures de déformation que les modèles de Taylor "relâché", puisqu'une transition plus graduelle entre les théories de Taylor et de Sachs est réalisable. Les textures théoriques prévues dans le cas de matériaux cfc LAF contiennent la composante C et une autre composante proche de la composante Bs. Le principal défaut de ces approches de type statistique est de ne pas prendre en compte de façon explicite l'influence des grains voisins.

* Les simulations de type éléments finis, nouvelle génération de modèles de déformation, tentent de considérer un champ de contrainte hétérogène dans un but d'accommodation de la déformation. Par contraste avec les modèles auto-cohérents, les modèles éléments finis sont applicables à des microstructures relativement compliquées, par considération de domaines, voire de sous-domaines. Un certain nombre de modèles développés permet

de prendre en compte l'hétérogénéité du matériau, l'anisotropie du cristal, les aspects géométriques non-linéaires...

Ce dernier type de modèle offre donc une description à l'échelle locale, avantage certain, en particulier pour l'étude par la suite des mécanismes de recristallisation, comme le prouvent certains auteurs [Radhakrishnan 98], [Erieau 02]. En effet, la recristallisation, processus combiné germination et croissance (cf. paragraphe 1.2), induit des mécanismes d'ordre local (en particulier, pour l'étape de germination). Un certain nombre de paramètres tels que l'orientation, la désorientation intragranulaire ou intergranulaire ou bien encore l'énergie stockée, sont indispensables à l'établissement d'hypothèses concernant les mécanismes de recristallisation. Les modèles relativement simples, tels que les modèles de Sachs et de Taylor, ne permettant pas d'une part d'estimation de ces paramètres, et d'autre part ne donnant qu'une information globale (développement de la texture cristallographique, en particulier) de l'évolution du matériau au cours de la déformation plastique, ne peuvent être utilisés à bon escient dans notre étude. Ces informations peuvent aujourd'hui être obtenues par mesures expérimentales. L'utilisation de modèles de déformation plastique dans notre approche n'est donc pas essentielle, bien qu'elle soit complémentaire des mesures réalisées.

1.1.3 Energie de faute d'empilement

Les fautes d'empilement - une faute d'empilement étant définie comme un défaut plan, pour lequel une séquence régulière des plans atomiques est interrompue - jouent un rôle majeur lors de la déformation plastique des matériaux, et par conséquent influent fortement la distribution des orientations au sein du matériau [Smallman 64]. Le mode de déformation est déterminé par la valeur de l'énergie de faute d'empilement (par unité de surface), définie comme étant une tension de surface opposant les forces répulsives entre deux dislocations partielles de même signe [Honeycombe 68]. Cette énergie, fonction du type de matériau, détermine donc le degré de dissociation de dislocations parfaites en dislocations partielles et est inversement proportionnelle à la distance de dissociation. Différents auteurs (Smallman et Green, par exemple) montrent que l'addition de soluté au sein d'une solution solide (ajout d'atomes de zinc au cuivre par exemple) provoque une diminution de l'énergie de faute d'empilement [Smallman 64] (figure 1.6).

Ils en concluent que c'est au travers de cette énergie que peut s'expliquer et se quantifier l'évolution de la texture du type Cuivre au type Laiton. Durant la déformation plastique, les métaux et alliages à faible γ_{SFE} ont une tendance plus grande à produire des macles, le mode de déformation par glissement étant moins favorable. Il fut émis alors l'hypothèse que le maclage de déformation serait par la présence d'une forte fraction volumique de matériau maclé en partie responsable de la transition observée texture *Cuivre* à texture *Laiton* [Wassermann 63]. Hirsch et Lücke tentèrent de le montrer au travers de la caractérisation de cette texture de transition (pour une composition massique variant de 2,5 à 30 % de Zn dans l'alliage CuZn) qui, par comparaison avec la texture de type Cuivre, présente une

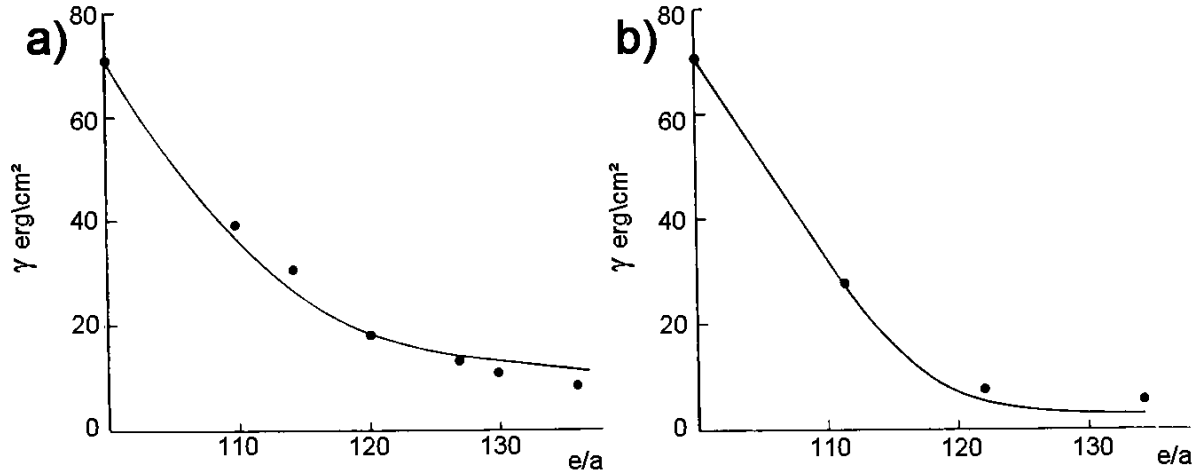


FIG. 1.6 – Evolution des valeurs de l'énergie de faute d'empilement γ_{SFE} en fonction du rapport électron sur atome. a) CuZn. b) CuAl. [Smallman 64]

plus faible proportion de matériau orienté C, mais avec une fraction plus importante de matériau orienté C maclé $\{255\}\langle 511\rangle$ [Hirsch 88b]. Cependant, les travaux de Leffers et Sorenson sur un matériau CuZn LAF par microscopie électronique en transmission (MET) ont montré que la fraction de matériau maclé était trop faible (de l'ordre de 2 %) pour avoir une quelconque influence sur la texture globale [Leffers 90].

Le mécanisme de maclage de déformation peut être également actif pour les matériaux à fort γ_{SFE} , comme le cuivre pur, mais pour des taux de déformation exagérément élevés ou de basses températures, estimés équivalents à des taux de réduction par laminage supérieurs à 95 % par Hirsch *et al.* dans le cuivre [Hirsch 88b].

1.1.4 Développement de la microstructure et des hétérogénéités de déformation

Au cours de la déformation de matériaux polycristallins, il y a formation d'une sous-structure de dislocations à l'échelle du grain, spécifique de son orientation cristallographique [Huang 97]. Lors de la déformation, les grains se divisent en éléments de volume (*blocs de cellules*, BC) au sein desquels les dislocations sont piégées. Lorsque le taux de déformation augmente, ces blocs de cellules de dislocations caractérisés par des sous-joints parallèles aux plans de glissement, se réorganisent en structures de cellules équiaxes (*Cell*, chacune de ses sous-divisions étant caractérisée par sa propre combinaison de systèmes de glissement), dont la dimension décroît avec une augmentation de la déformation [Hatherly 79], [Hughes 00]. La désorientation entre les blocs voisins est supérieure à celle des cellules unitaires avoisinantes, mais n'excède pas en général 2° en laminage; cependant, les désorientations cumulées dans un même grain peuvent atteindre une valeur supérieure à 40° .

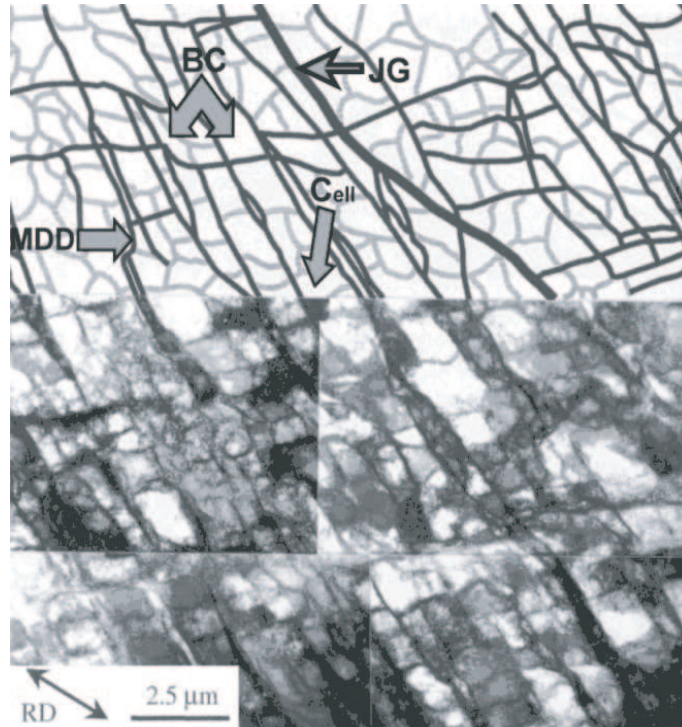


FIG. 1.7 – Micrographie MET du nickel pur LAF à $\Delta = 20 \%$. [Hughes 00]

Les joints des blocs des cellules sont identifiés comme étant des *murs denses de dislocations* (MDD), pour lesquels la densité de dislocations est particulièrement élevée. La figure 1.7 illustre le type de caractéristiques microstructurales rencontrées et décrites dans le cas du nickel pur laminé à froid, analysé par MET.

Aux plus forts taux de déformation, ces MDD se développent en bandes caractéristiques de dislocations, pouvant être des *microbandes*, des *bandes de cisaillement* ou encore des *bandes de transition*. Les caractéristiques de ces bandes (densité importante de dislocations, fortes désorientations intragranulaires) en font des sites potentiels de l'étape de germination de recristallisation.

* Les microbandes sont constituées par des cellules de dislocations de taille plus faible que la valeur moyenne des cellules de dislocations au sein du même matériau. Cependant ces microbandes peuvent être plus simplement caractérisées par des doubles MDD avec une densité relativement faible de dislocations entre ces murs.

* Les bandes de cisaillement s'apparentent à des régions de faible volume pour lesquelles un cisaillement intense se produit indépendamment de la structure granulaire. Ce type d'hétérogénéités est donc constitué de zones de fortes valeurs locales d'énergie stockée. Dans les matériaux laminés, ces bandes se forment en général à 35-40° de la direction de laminage et parallèlement à la direction transverse. Dans le cas du cuivre pur déformé par LAF, Duggan *et al.* montrent que les bandes de cisaillement (déterminées expérimentalement comme

étant proches des orientations C et S) ne sont pas déterminantes dans l'établissement de la texture de déformation [Duggan 93]. Dans le cas particulier des alliages laitons- α , la nature des bandes de cisaillement est quelque peu différente, ceci dû à la forte tendance pour ces matériaux à former des macles lors de la déformation plastique. Elles sont en effet constituées par des cellules fines fragmentées proches des orientations $\{110\}\langle 001\rangle$ (G) et $\{011\}\langle 211\rangle$ (Bs) [Morii 81]. Weidner et Klimanek montrent, à partir de travaux sur un matériau Cu-28%Zn LAF, que les bandes de cisaillement commencent à se former pour un taux de réduction de $\Delta = 50\%$, ainsi que la production et la longueur totale de ces bandes augmentent avec le taux de déformation [Weidner 98].

* Les bandes de transition sont constituées par un ensemble de microbandes (clusters), séparant en général deux parties de matériau orientées différemment, la désorientation pouvant atteindre jusqu'à 60° au sein de ces caractéristiques microstructurales.

En particulier dans le cas du cuivre électrolytique LAF, il a été mis en évidence des structures de dislocations caractéristiques relatives aux principales composantes des textures de déformation. Lors d'études par MET sur le cuivre LAF $\Delta = 90\%$, Dnieprenko *et al.* ont associé les orientations Bs et C à des structures cellulaires de dislocations allongées (avec des murs de cellules bien moins définies dans le cas de la composante C) [Dnieprenko 82]. Les grains d'orientation Cube $\{100\}\langle 001\rangle$ sont quant à eux définis par des cellules quasiment équiaxes selon leurs observations dans la direction transverse, avec des sous-joints particulièrement bien définis, tandis que selon les directions normale et de laminage, les cellules présentent un caractère allongé (figure 1.8).

1.1.5 Liens entre énergie stockée, déformation plastique et orientation cristalline

L'énergie stockée représente la quantité d'énergie mécanique retenue dans le matériau après étape de déformation plastique (de l'ordre de 10% de l'énergie totale produite, le surplus étant évacué sous forme de chaleur durant le processus). Cette quantité d'énergie emmagasinée au sein du matériau varie en fonction d'un certain nombre de facteurs tels que le type de matériau, le type, le taux et la température de déformation. L'énergie stockée est principalement issue de l'accumulation de dislocations au cours de la déformation plastique. Celle-ci peut varier de façon significative en fonction de la texture globale et plus encore à l'échelle microscopique, de l'orientation cristalline du grain. Castelnau *et al.*, par des mesures de l'énergie stockée selon la méthode d'analyse des profils de DRX (se reporter au paragraphe 2.2.3 pour un bref aperçu de la méthode expérimentale utilisée), ont montré que dans un acier sans interstitiels stabilisé au titane un facteur deux pour la densité de dislocations moyenne peut être obtenu en fonction de la composante de texture considérée [Castelnau 00b]. De nombreuses formulations, basées sur différentes méthodes de détermination expérimentales de l'énergie stockée [Mohamed 99], sont proposées dans la littérature. Nous retiendrons en particulier les travaux de Mohamed et Bacroix, qui ont contribué à l'émission d'hypothèses concernant les mécanismes de la recristallisation sta-

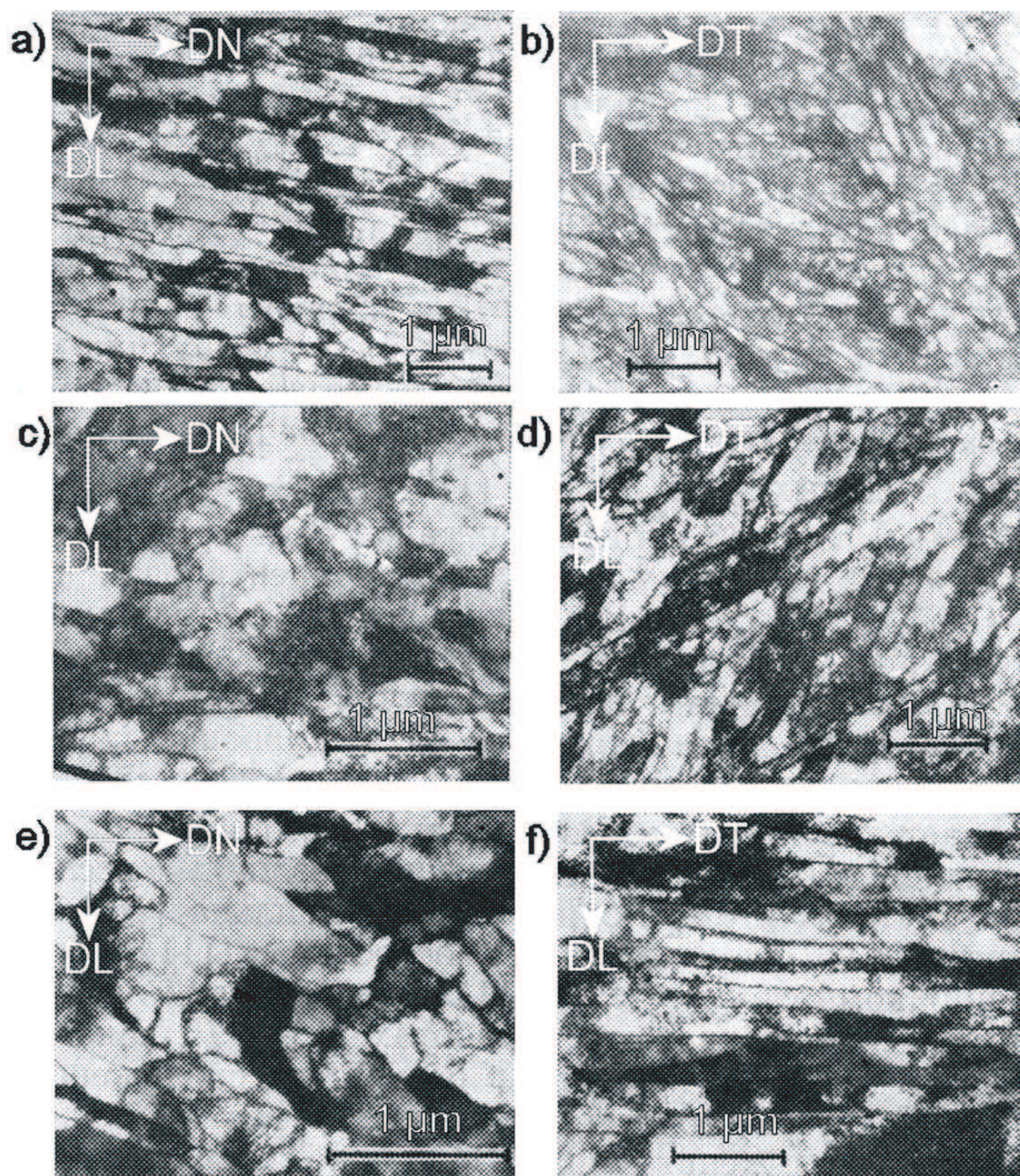


FIG. 1.8 – Microstructures MET dans le cas du cuivre pur LAF $\Delta = 90\%$. a), b) composante Bs. c), d) composante C. e), f) composante Cube. [Dnieprenko 82]

tique ([Mohamed 00], [Bacroix 00] et [Bacroix 01]). D'après Bacroix *et al.*, l'ensemble des différents types de dislocations doit être pris en compte afin d'aboutir à une expression correcte de l'énergie stockée. Ils en déduisent ainsi trois formulations caractéristiques, permettant l'estimation de cette énergie en fonction du caractère des dislocations constituant la microstructure du matériau déformé:

$$E_g = \alpha \mu b^2 \rho_g \ln \frac{R_e}{b} \quad (1.1)$$

où E_g et ρ_g représentent respectivement l'énergie stockée et la densité de dislocations moyenne à l'intérieur d'un grain g , α est une constante qui dépend du pourcentage relatif dislocations vis / dislocations coins, des constantes d'élasticité et des dimensions du cristal, μ est le module de cisaillement, R_e , le rayon de coupure de la dislocation, et enfin, b est la norme du vecteur de Burgers.

Si nous considérons que les dislocations sont organisées en cellules au sein de la microstructure, l'expression 1.1 peut être décomposée en deux termes, permettant de distinguer l'énergie stockée due aux dislocations incluses dans les murs des cellules (équation 1.2) et celle due aux dislocations à l'intérieur des cellules (équation 1.3). Nous obtenons ainsi:

$$E_{wg} = \frac{2}{\delta_g} \gamma_m \frac{\theta_g}{\theta_m} \left(1 - \ln \frac{\theta_g}{\theta_m} \right) \quad (1.2)$$

où, au travers de la formule de Read et Shokley, E_{wg} correspond à l'énergie stockée au sein des murs de dislocations, δ_g est la taille moyenne des cellules, θ_g , la désorientation moyenne entre les cellules voisines et γ_m , θ_m , les valeurs maximales de l'énergie de surface et de la désorientation pour un mur de dislocations de faible angle (de l'ordre de 15°). Les densités de dislocations interviennent de façon indirecte par le lien entre densité de dislocations et désorientation. Nous avons également :

$$E_{cg} = \frac{\mu b^2}{2} \rho_{cg} \quad (1.3)$$

où E_{cg} et ρ_{cg} sont respectivement les valeurs de l'énergie stockée et de la densité de dislocations moyenne à l'intérieur d'une cellule de dislocations.

En fonction des techniques de mesures utilisées, les valeurs calculées diffèrent. En particulier, les mesures calorimétriques, permettant d'estimer l'énergie stockée de façon globale [Necker 97] (et fournissant dès lors des valeurs légèrement supérieures à celles obtenues par d'autres techniques) ne peuvent être comparées aux mesures plus locales réalisées à partir des techniques MET et MEB (basées sur la mesure des tailles de cellules de dislocations, [Miroux 99]). L'analyse des pics de diffraction obtenus par rayons X, permettant d'accéder aux valeurs moyennes des densités de dislocations relatives aux principales composantes des textures de déformation, semble fournir le meilleur compromis. Des mesures grain à grain sont d'ailleurs tout à fait réalisables par cette technique, et apportent ainsi des estimations plus locales des densités de dislocations [Castelnau 00a].

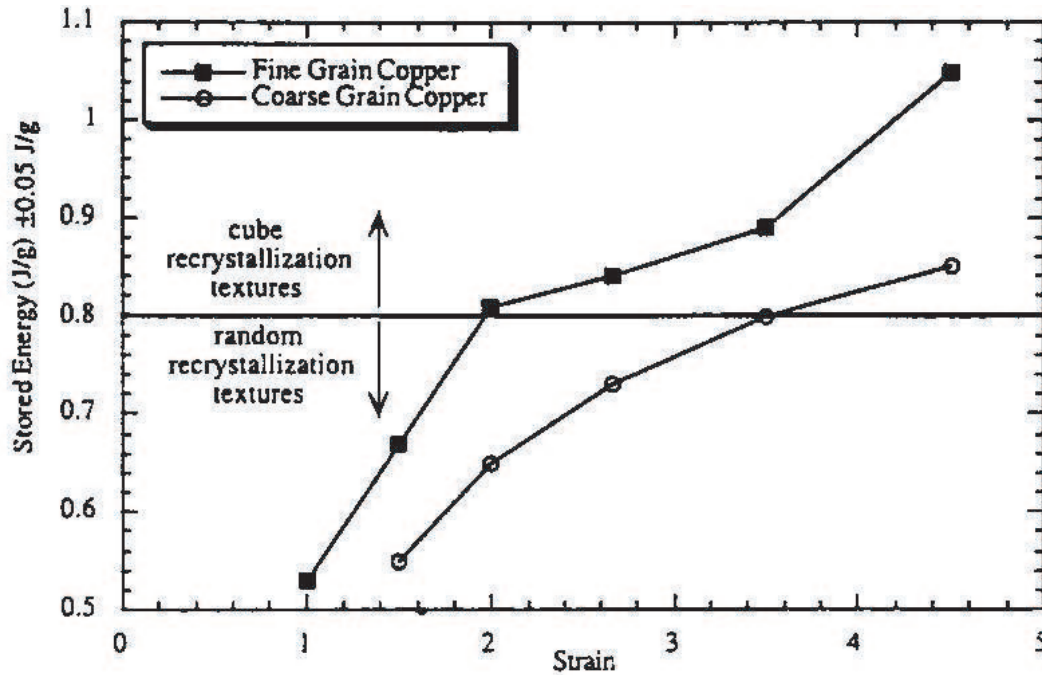


FIG. 1.9 – Variation de l'énergie stockée dans le cuivre après LAF en fonction du taux de déformation. [Necker 97]

Les mesures globales par calorimétrie réalisées par Necker sur différents matériaux cuivre électrolytique laminés à température ambiante pour des taux de déformation variant de $\varepsilon = 1$ à 4,5 indiquent une augmentation de l'énergie stockée avec l'accroissement du taux de réduction (figure 1.9).

Par des mesures de pics de diffraction des neutrons dans les composantes majeures de texture Bs, S et C, Etter *et al.* déterminent des valeurs d'énergies stockées du Fe-53%Ni après LAF (matériau développant une texture de type fibre- β après laminage à température ambiante) pour des taux de réduction de 55, 77 et 95 % [Etter 02]. Une valeur maximale commune de saturation est atteinte pour 95 % de réduction.

1.2 Etape de restauration/recrystallisation

1.2.1 Généralités

Du point de vue de la thermodynamique, l'état déformé représente une non-stabilité, due à l'accumulation de dislocations au sein de la microstructure. Une activation thermique permet le retour à l'équilibre, pouvant être continu (*restauration*) ou discontinu (*recrystallisation*).

Par définition, la restauration inclut tous les processus de relaxation de l'énergie stockée

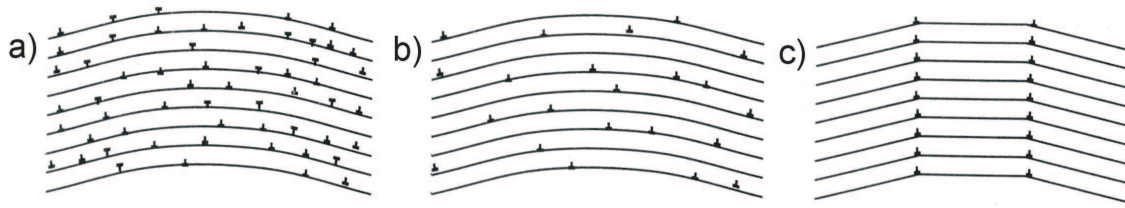


FIG. 1.10 – Schéma du processus de polygonisation dans un cristal écroui. a) Etat déformé. b) Après annihilation des dislocations. c) Formation de joints de grains de faible mobilité. [Cahn 49]

ne provoquant aucun mouvement des joints de grains "mobiles" (joints de grains associés à des désorientations supérieures à 15°). Par activation thermique, elle permet une restitution partielle des propriétés des matériaux au cours de la déformation (*restauration dynamique*) ou après la déformation (*restauration statique*).

Le processus de recristallisation, *dynamique* ou *statique*, des métaux et alliages déformés plastiquement permet de recouvrer la ductilité et de contrôler la structure granulaire des matériaux métalliques. La recristallisation, seule méthode permettant la création d'une nouvelle microstructure de taille et morphologie granulaire originales, et de texture cristallographique différente, est définie comme le processus de formation et de migration des joints de grains mobiles sous l'influence de l'énergie stockée [Doherty 88].

Les processus de restauration et de recristallisation sont en perpétuelle compétition et tous deux dépendent de l'énergie stockée.

1.2.2 Restauration / Recristallisation statiques

Mécanismes de restauration

Lors de la restauration, l'énergie stockée est abaissée au travers d'une réorganisation des sous-structures de dislocations au sein de la matrice déformée:

- * par interactions entre les dislocations voisines réduisant la densité,
- * par un réarrangement en configurations de plus basse énergie,
- * par réduction du nombre de ces configurations.

La réduction et le réarrangement des dislocations procèdent par élimination des dipôles, suppression des dislocations de signes opposés et réagencement des dislocations en cellules et sous-grains définis par l'étape de *polygonisation* (figure 1.10, [Cahn 49]).

Dans l'optique d'expliquer le développement des textures de recristallisation de type Cube (paragraphe 1.2.4), Ridha et Hutchinson montrent dans le cas du cuivre pur que les sous-grains orientés Cube subissent une restauration préférentielle et facilitée, due aux vecteurs de Burgers orthogonaux des dislocations associés aux systèmes de glissement actifs imposant une interaction élastique minimum entre les dislocations [Ridha 82].

Mécanismes de recristallisation

Dans la littérature, la recristallisation d'une microstructure préalablement déformée est appelée *recristallisation primaire*. La *recristallisation secondaire* ou *croissance anormale* des grains correspond à une croissance exagérée pouvant apparaître en fin de recristallisation primaire. Cependant, cette distinction n'est pas clairement établie, puisqu'une croissance exagérée de grains d'orientations particulières peut être observée au cours du processus de recristallisation primaire [Kurzydowski 96]. Il est donc préférable de définir la recristallisation primaire comme le phénomène conduisant à la réduction de l'énergie stockée, et par opposition, la recristallisation secondaire, celui conduisant à une diminution de l'énergie de surface, assimilée à l'énergie de joint de grains. La recristallisation primaire se déroule en deux étapes successives, la *germination*, pour laquelle l'apparition de nouveaux grains a lieu à l'intérieur même de la matrice déformée, et la *croissance* de ces germes de recristallisation (le germe étant défini comme une cristallite de faible énergie interne croissant au sein du matériau déformé, séparé de ce dernier par un joint de grains mobile [Humphreys 95]).

Etape de germination. La germination de la recristallisation englobe tous les processus conduisant à une génération de joints de grains mobiles. Trois critères dits d'instabilité doivent être respectés afin d'assurer la création du germe capable d'une croissance rapide [Gottstein 85]. Ce sont :

* Le critère d'instabilité thermodynamique, conduisant à émettre l'hypothèse que le germe est capable de croître si et seulement si un gain d'énergie libre résulte de son expansion. Le germe doit être thermodynamiquement stable à toutes les étapes de son développement. Soit la formule simplifiée de l'énergie libre du matériau mono ou polycristallin:

$$dG = -E_s.dV + \gamma.dA \quad (1.4)$$

où : E_s représente l'énergie stockée de déformation (en J/mol),

V et A sont respectivement le volume et la surface spécifique du germe considéré,

γ est l'énergie de joint de grains (J/m²).

La croissance n'a lieu qu'à la condition où $dG \leq 0$.

Ce critère revient à considérer un rayon critique r^* du germe, pour lequel le processus de croissance peut prendre place:

$$r^* = \frac{2\gamma}{E_s} \quad (1.5)$$

Doherty estime au travers de calculs relativement simples ce rayon critique autour de 1 μm , soit environ 10^{10} atomes au sein du volume correspondant, et 10^{18} le nombre de germes potentiels pour un volume d'un m³ [Doherty 95].

* Le critère d'instabilité mécanique, représenté par un déséquilibre des forces motrices de part et d'autre du joint de grains. La densité de dislocations relative au germe doit

être inférieure à la densité moyenne de dislocations de la matrice environnante. Ce critère revient à considérer l'énergie stockée lors de la déformation plastique.

* Le critère d'instabilité cinétique, relié à la mobilité des joints de grains, basse pour de faibles angles, mais ayant tendance à augmenter rapidement pour les joints de forts angles (supérieurs à 15°). Pour le premier type de joints, le processus de germination peut avoir lieu, à condition que le germe ait une désorientation *intragranulaire* suffisante lui assurant une certaine mobilité.

La possibilité pour un germe potentiel de devenir un grain issu du processus de recristallisation nécessite donc un certain nombre de conditions vitales. Un avantage d'énergie, une forte mobilité, de fortes désorientations et une taille suffisante associés au germe étant nécessaires, le processus de germination est rendu relativement rare [Doherty 78].

Des sites potentiels de germination sont prédéterminés par la déformation. En particulier, les caractéristiques microstructurales décrites au paragraphe 1.1.4, les bandes de transition, les bandes de cisaillement et les microbandes peuvent être le lieu de germination, puisqu'elles sont associées à de fortes désorientations et/ou à de fortes densités de dislocations. Il fut par exemple observé dans le cuivre pur la germination de l'orientation Cube au sein des bandes de transition de longueur maximale de $50\mu\text{m}$ (selon DL) et d'épaisseur variant entre 0,2 et $1\mu\text{m}$ (selon DN) [Ridha 82], mais peu d'études font état de la germination de cette même orientation au niveau des bandes de cisaillement.

La germination aux joints de grains pré-existants (aussi appelée mécanisme SIBM, Strain-Induced Boundary Migration) fut également observée [Beck 50], et se caractérise par un "gonflement" des ces joints, sous l'influence de la pression qui résulte de la différence d'énergie stockée de part et d'autre des joints, créant ainsi des zones de faible densité de dislocations pouvant croître lors de la recristallisation. C'est un mécanisme particulièrement actif pour des alliages d'aluminium déformés par LAF aux faibles taux de réduction ($\simeq 20\%$) [Bellier 77] (figure 1.11). Ce processus de SIBM n'est pas considéré comme une étape de germination classique. Il est d'ailleurs prépondérant dans les zones de faible énergie stockée.

Etape de croissance. Les germes étant formés, le processus de recristallisation se poursuit par une migration des joints de grains au travers de la matrice déformée, induite par l'énergie libre volumique (balayée lors du déplacement du joint) et l'énergie de joint de grains. La vitesse v d'un joint de grains lors de l'étape de croissance est donnée par l'équation :

$$v = m.p \quad (1.6)$$

où m représente la mobilité du joint de grains et p la pression exercée sur le joint.

La majeure partie de la force motrice dérive des interactions entre les joints de grains et les dislocations incorporées dans le joint, puis détruites. Les impuretés peuvent affecter la mobilité des joints de grains, apportant au niveau atomique un désordre non-favorable.

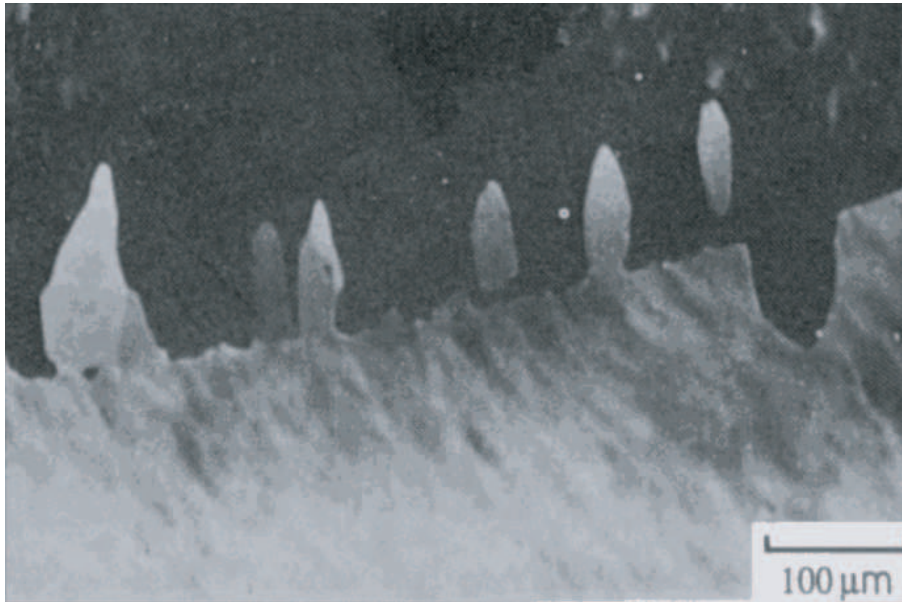


FIG. 1.11 – *Mécanisme SIBM observé dans le cas de l'aluminium par technique de microscopie optique. [Bellier 77]*

Paramètres importants. L'étape de déformation joue un rôle majeur sur le type de mécanismes et les cinétiques de recristallisation obtenus. Une énergie stockée minimale est nécessaire afin de permettre la création de germes de recristallisation possédant un certain potentiel de croissance. La température, le taux et le mode de déformation sont autant de facteurs déterminants [Humphreys 95].

La température de recuit nécessaire pour engendrer la recristallisation diminue lorsque le temps d'incubation augmente. Cette même température diminue lorsque le taux de déformation augmente. Notons également que les microstructures et textures avant et après déformation ont également une influence sur la recristallisation. En particulier, il a été souligné l'influence majeure dans l'aluminium de la texture de déformation sur la texture de recristallisation [Hirsch 87], reliée à la proportion de chacune des orientations (C, Bs et S) constituant la texture de déformation de type fibre- β .

1.2.3 Restauration / Recristallisation dynamiques

La restauration dynamique lors de la déformation provoque une structure de sous-grains de dislocations particulièrement bien développée, les facteurs prépondérants étant une forte valeur de γ_{SFE} , un faible pourcentage d'éléments d'addition, de forts taux et température de déformation.

La recristallisation dynamique, processus continu déformation / germination / croissance des grains, est associée au phénomène par lequel une nouvelle microstructure de

faible valeur de densité de dislocations est générée lors de la déformation. Ce procédé est largement utilisé pour le contrôle de la taille des grains lors de déformation à chaud, mais peut apparaître à de plus basses températures [Hughes 01].

1.2.4 Développement des textures de recristallisation

La recristallisation, sous l'influence de l'énergie stockée et de la mobilité de joints de grains, est un processus combiné de germination et de croissance de nouveaux grains, tous deux étant des phénomènes locaux dépendant fortement d'un certain nombre de facteurs, dont les principaux sont l'orientation cristalline, la désorientation inter et/ou intragranulaire et l'énergie stockée. Le suivi au cours de la recristallisation des évolutions des textures de recristallisation permet une première approche des mécanismes de recristallisation. Cependant, l'échelle globale propre aux textures mesurées par DRX ne permet pas de tirer de conclusions concernant le processus de recristallisation. En particulier, par cette approche la relation entre énergie stockée et orientation cristalline ne peut être établie de façon directe, tout au plus qualitativement, en particulier parce que l'énergie stockée dépend, comme nous l'avons vu précédemment (cf. paragraphe 1.1.5), des facteurs intrinsèques propres à l'étape de déformation plastique (taux de déformation, type de matériau, texture et microstructure avant déformation, température de déformation...).

Ce paragraphe propose un aperçu général des principales théories et hypothèses concernant le développement des textures de recristallisation après déformation à froid dans les métaux et alliages cfc. Le maclage de recristallisation étant supposé jouer un rôle dans le développement des textures au cours de la recristallisation, un paragraphe lui est consacré. Enfin, les travaux les plus récents sont présentés de manière synthétique, permettant de considérer les principaux résultats et hypothèses concernant les mécanismes de recristallisation.

Généralités

Les textures de recristallisation dans les métaux cfc ont déjà fait l'objet d'études très diverses, l'ensemble des données expérimentales et de modélisation récoltées jusqu'à présent représentant un océan d'informations, au sein duquel il serait aisé de se noyer. Cependant, les hypothèses aujourd'hui émises ne permettent ni de prédire, ni de contrôler le développement des textures lors de la recristallisation. En particulier, la texture de recristallisation de type Cube (l'orientation dominante au sein de cette texture étant la composante Cube $\{100\}\langle 001\rangle$) représente un véritable casse-tête, d'un degré de complexité ne faisant que croître avec l'accumulation de données originales. Cette difficulté d'interprétation se retrouve également dans l'analyse de l'évolution au cours de la recristallisation des textures des laitons- α , de type $\{236\}\langle 385\rangle$ (appelée composante BR, pour *Brass Recrystallized*) dans le cas du matériau CuZn30 après déformation à froid et recristallisation, et de type intermédiaire Cube-BR dans le cas d'alliages pour lesquels la composition massique en zinc varie entre 0 et 30 % (figure 1.12, [Schmidt 79]).

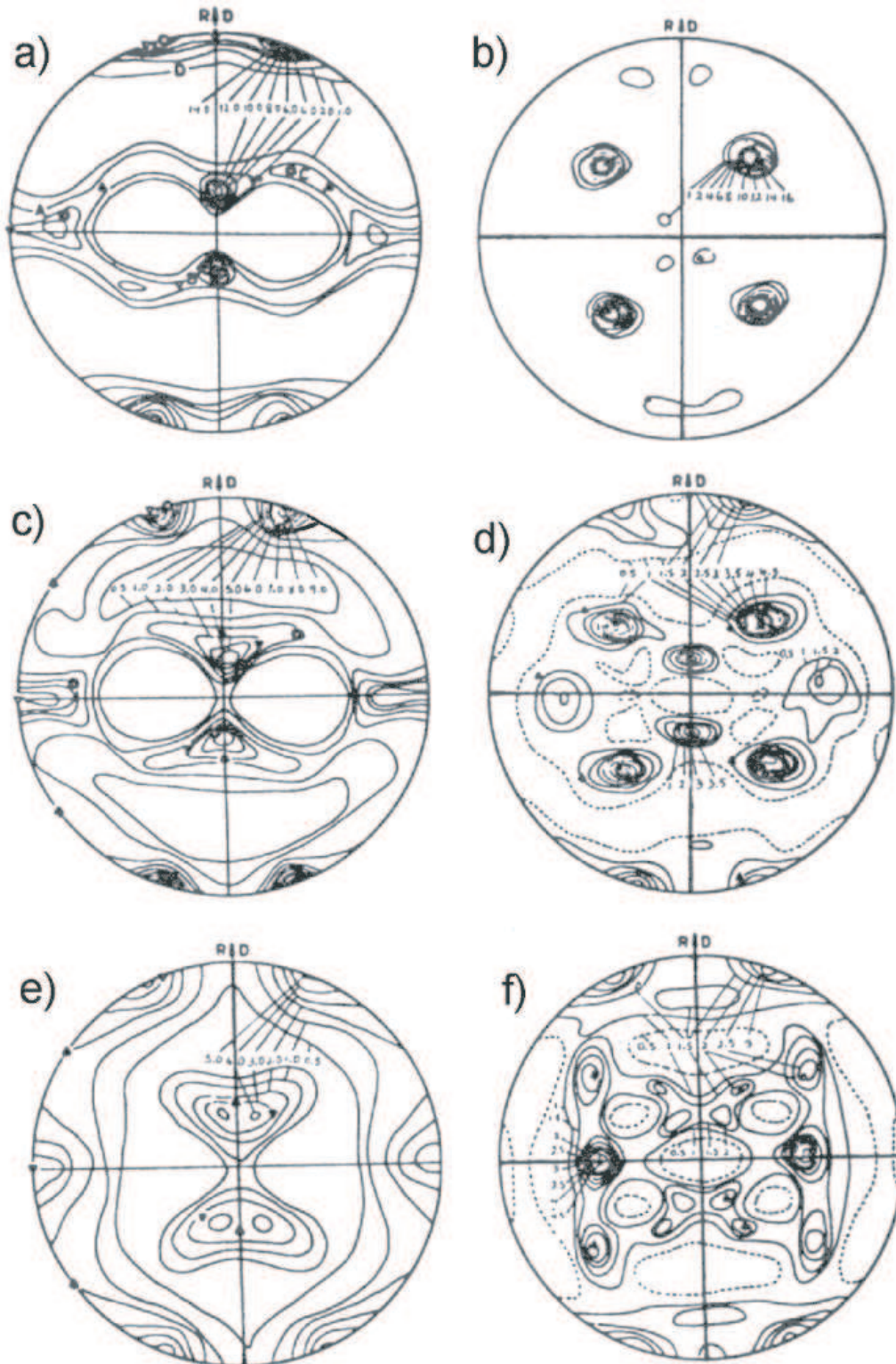


FIG. 1.12 – Figures de pôles $\{111\}$. a), c), e) Après LAF $\Delta = 95\%$. b), d), f) Après recristallisation. a), b) Cu pur. c), d) Cu-5 %Zn. e), f) Cu- 30%Zn. [Schmidt 79]

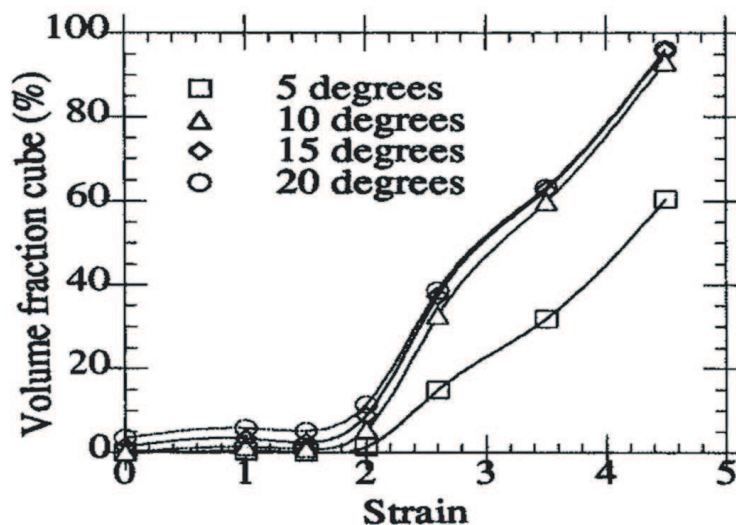


FIG. 1.13 – Evolution de la fraction volumique associée à l'orientation Cube (pour différentes valeurs de tolérance angulaire autour de la position idéale) en fonction du taux de déformation dans le cuivre électrolytique. [Necker 95]

Il est en effet nécessaire d'évaluer au mieux l'influence de chacun des paramètres majeurs sur les textures de recristallisation. En particulier, il a été mis en évidence dans le cas du cuivre électrolytique LAF un seuil de déformation au-dessus duquel après recristallisation, la texture de recristallisation est dominée par l'orientation Cube [Necker 91], [Necker 95]. Par une étude sur le cuivre LAF aux taux de réduction variant de 58 à 99 %, Necker *et al.* montrent que l'intensité de la composante Cube au sein de la texture de recristallisation augmente fortement avec le taux de déformation (figure 1.13), la texture de recristallisation étant relativement dispersée (présence entre autres des orientations appartenant à la texture de déformation Bs, S et C) pour des taux de réduction par laminage compris dans l'intervalle $58 \% \leq \Delta < 90 \%$ (figure 1.14).

A partir des mesures locales des orientations par technique d'EBS et une confrontation de ces résultats avec une simulation basée sur la *théorie de croissance sélective*, Doherty *et al.* tentent d'expliquer l'évolution des textures globales après LAF (pour des taux de réduction supérieurs à 90 %) et recristallisation dans le cuivre électrolytique et l'aluminium pur [Doherty 98]. Ils en viennent à supposer que l'orientation Cube germe auprès de bandes déformées de type Cube plus fréquemment que les germes associés aux autres orientations, les germes Cube étant constitués de larges sous-grains (énergie stockée relativement faible) leur assurant une croissance effective. Ils expliquent également le renforcement de la texture de type Cube après LAF et recristallisation en fonction du degré de LAF par l'hypothèse très conceptuelle de l'*orientation pinning*, se produisant hypothétiquement lorsque certaines orientations en croissance rencontrent des grains ou clusters d'orientations similaires [Jensen 95]. Le joint de grains résultant est alors de faible mobi-

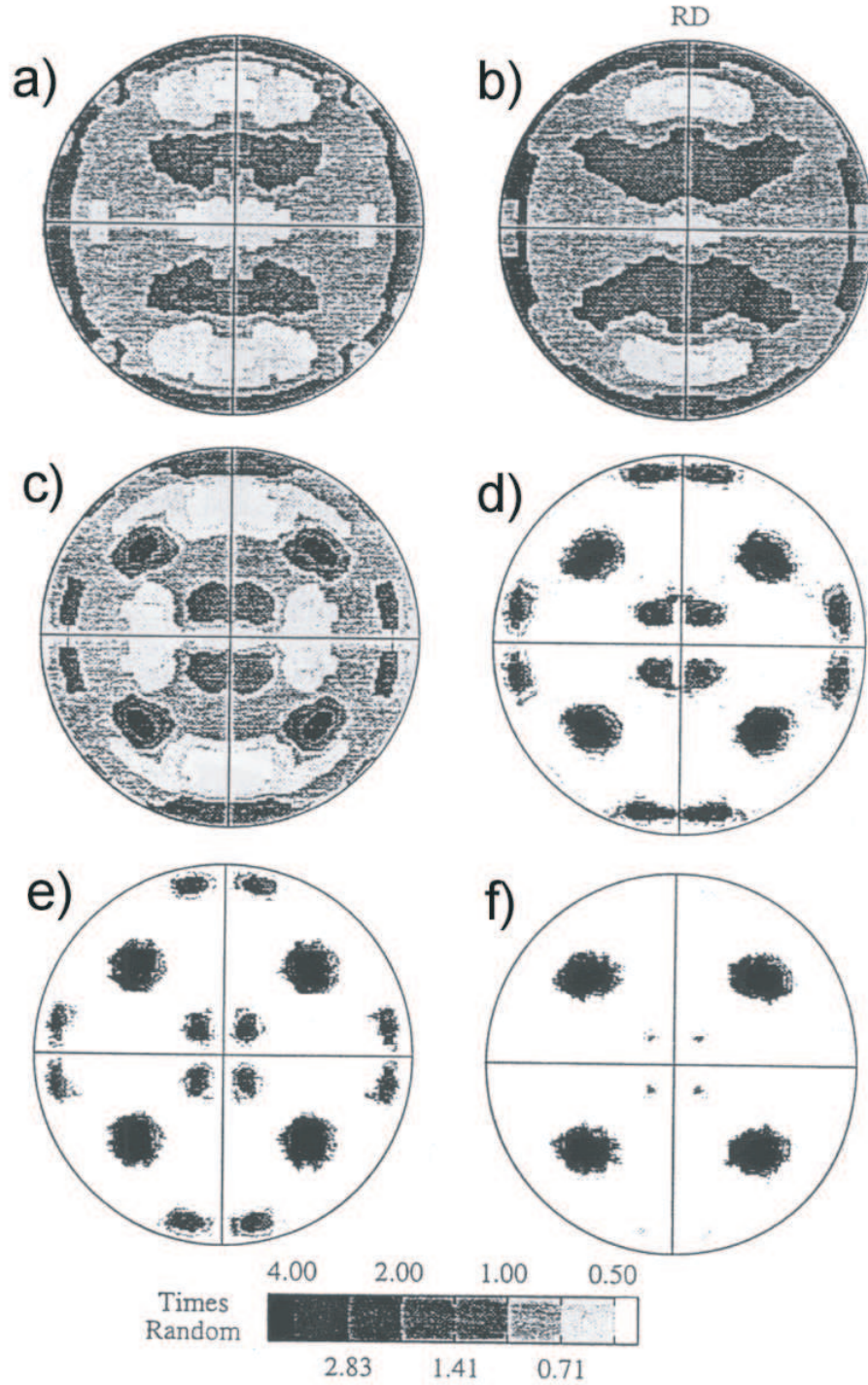


FIG. 1.14 – Figures de pôles $\{111\}$ recalculées après mesure de la texture globale par diffraction des rayons X du cuivre électrolytique laminé à froid puis recristallisé. a) $\epsilon = 1,0$. b) $\epsilon = 1,5$. c) $\epsilon = 2,0$. d) $\epsilon = 2,7$. e) $\epsilon = 3,5$. f) $\epsilon = 4,5$. [Necker 97]

lité. Ces auteurs expliquent alors dans le cas du cuivre pur l'obtention d'une plus faible proportion de composante Cube au sein de la texture de recristallisation pour des taux de déformation en-dessous d'un certain seuil par la présence de ces joints de faible mobilité, freinant la croissance de recristallisation des grains Cube (inhibition de croissance prédominante selon DN et dans le plan de laminage). Ceci étant favorable au développement des composantes majeures de la texture de déformation, une texture relativement dispersée, quasi-isotrope serait obtenue.

Des théories plus générales, encore discutées aujourd'hui, ont vu le jour dans les années 1930 et 1940: ce sont principalement les hypothèses appelées *germination orientée* [Burgers 31] et *croissance orientée* [Baret 40].

Germination orientée. Le développement de la texture de recristallisation est supposé provenir du caractère préférentiel de l'étape de germination. La densité $n(i)$ de germes d'orientation i est alors supposée être supérieure à la densité $n(j_k)$ de l'ensemble des germes d'orientation j_k , soit :

$$n(i) = \alpha.n(j_k) \quad (1.7)$$

avec : $\alpha \gg 1$.

La théorie de la germination orientée suppose que les germes capables de croissance au cours de la recristallisation sont créés lors de la déformation plastique au sein de la matrice [Hjelen 91]. L'hypothèse de germination orientée, dans le cas de la formation de la texture de recristallisation de type Cube dans les métaux cfc, est supposée possible grâce à l'une des deux hypothèses de mécanismes de déformation plastique émises par Dillamore et Katoh [Dillamore 74] pour le premier, et Ridha et Hutchinson [Ridha 82], pour le second. Le modèle de Dillamore et Katoh suppose que les germes sont créés au sein de bandes de transition, apparaissant au cours de la déformation plastique, tandis que Ridha et Hutchinson émettent l'idée d'une restauration préférentielle (dynamique et/ou statique) de sous-grains orientés Cube présents dans la microstructure. En fonction des mécanismes de germination induits, l'énergie stockée est supposée apporter sa contribution de deux manières différentes. La migration par SIBM s'initie dans les zones de moindre énergie, tandis que les autres mécanismes de germination se produisent en général dans les zones de la matrice déformée pour lesquelles cette énergie est la plus forte.

Dans le cas du cuivre pur fortement déformé, cette théorie explique le développement de germes orientés Cube au travers de la haute fréquence de ces derniers à l'état déformé [Doherty 95]. A l'origine, cette théorie prévoit des taux de croissance identiques pour l'ensemble des germes susceptibles de croître (ce qui fut par la suite considéré comme non réaliste physiquement). Les études expérimentales réalisées par Ridha et Hutchinson allèrent dans le sens de l'hypothèse de la germination orientée, puisqu'ils observèrent une germination rapide de l'orientation Cube proche des bandes de transition, lui permettant de dominer largement l'étape de croissance [Ridha 82].

Croissance orientée. Un ensemble de grains de même orientation (orientation i) en vient à dominer la texture de recristallisation, parce que le taux de croissance considéré $g(i)$ est largement supérieur au taux de croissance $g(j_k)$ des grains d'autres orientations (orientations j_k) :

$$g(i) = \beta \cdot g(j_k) \quad (1.8)$$

avec : $\beta \gg 1$.

Cette théorie dépend du fait que la mobilité de joint de grains, ainsi que sa vitesse de migration sont fortement influencées par la désorientation caractérisant ce joint. De nombreux travaux ([Lücke 84], [Hirsch 86]) tentent ainsi de montrer que la texture de recristallisation de type Cube pourrait être issue d'une étape rapide de croissance des grains d'orientation Cube désorientés de 40° par rapport à la direction $\langle 111 \rangle$ (présence à l'état recristallisé de joints de grains $\sum 7$). Cette valeur de 40° autour de $\langle 111 \rangle$, relation d'orientation fondamentale dans la théorie de la croissance orientée, assure une forte mobilité du grain en croissance dans une matrice déformée [Driver 00]. Wierzbanski *et al.*, par modélisation des textures de recristallisation dans les métaux cfc (cuivre et laitons- α) à partir des textures de déformation par application de la méthode de croissance des grains relative à leur désorientation ($40^\circ \langle 111 \rangle$), reproduisent approximativement les distributions des orientations déterminées expérimentalement [Wierzbanski 01]. Aust et Rutter, par une étude sur le cuivre pur, observant que le volume de matériau orienté S augmente avec le taux de déformation, en concluent que la présence aux plus forts taux de déformation de ces joints $40^\circ \langle 111 \rangle$ mobiles favoriserait la formation de la texture de recristallisation de type Cube, puisque l'orientation Cube possède ce type de désorientation avec l'orientation S [Aust 59]. Cependant, les travaux de Norman sur le même matériau ne permettent pas de confirmer cette théorie attrayante mais peu réaliste, puisqu'au début du processus de recristallisation du cuivre pur, il n'observe aucune baisse d'intensité liée à la composante S, signifiant que la croissance des grains Cube pourrait trouver son origine dans d'autres zones que celles pré-supposées par la théorie de la croissance orientée [Norman 67]. Cette relation d'orientation est également parfois associée à certaines hétérogénéités de déformation, sites de germination pour les grains recristallisés. Hjelen *et al.* l'associent en effet à des bandes de transition ou de cisaillement [Hjelen 91]. Cela signifie que la relation $40^\circ \langle 111 \rangle$ peut être également utilisée dans l'hypothèse d'une germination orientée [Nes 01], assurant ainsi à l'orientation Cube un potentiel combiné germination/croissance orientées. Par étude de la recristallisation dans le cuivre pur LAF, Duggan *et al.* identifient les orientations au voisinage des bandes orientées Cube pour lesquelles la germination au sein de ces dernières conduit à former la texture de recristallisation [Duggan 90], [Duggan 93]. Ils les comparent ainsi aux orientations voisines des bandes Cube pour lesquelles aucune germination ne prend place. Ils montrent que seuls les germes Cube au sein de bandes de transition Cube ayant une relation d'orientation $\theta^\circ \langle 111 \rangle$ (avec $\theta = 25^\circ - 40^\circ$) avec la matrice environnante dominant par une germination et une croissance rapides la texture de recristallisation, renforçant l'idée de la combinaison des hypothèses germination orientée/croissance orientée dans le but d'expliquer le développement de la texture de recristallisation de type Cube.

Maclage de recristallisation

L'apport d'orientations originales au cours de la recristallisation ne peut se faire qu'au travers d'un seul type de processus, le maclage de recuit, pouvant à partir des orientations présentes dans la matrice déformée produire plusieurs *générations* de macles (jusqu'à 12 nouvelles orientations créées à partir d'une seule, selon la relation $60^\circ \langle 111 \rangle^3$). Dans les matériaux à faibles et moyennes valeurs de γ_{SFE} , le maclage de recristallisation est particulièrement actif. Baudin *et al.*, par simulation du développement de la texture de recristallisation du Fe-36%Ni par mécanisme de maclage, en viennent à conclure que la texture de recristallisation après $\Delta = 70$ % de réduction par LAF acquiert son caractère dispersé au travers de la production de plusieurs générations de macles au cours du processus de recuit [Baudin 01]. Ils observent également par mesures EBSD dans le MEB, la production de macles pour l'ensemble des orientations présentes (majeures et aléatoires) ne dépassant pas la troisième génération [Julliard 01]. Par une étude des mécanismes de maclage lors du recuit, Wilbrandt, à partir d'une étude théorique, conclut que les grains associés aux orientations les plus stables par rapport au mécanisme de maclage pourront alors largement dominer la texture de recristallisation [Wilbrandt 88]. Les principes de sélection de macles mis en avant, à savoir *l'énergie de joint de grains* (la tendance de formation de macles diminue avec la diminution de l'énergie libre interfaciale entre le grain recristallisé et la matrice déformée), *la mobilité du joint de grains* (le développement d'une chaîne de macles stoppe quand une orientation capable d'une croissance rapide est créée) et *la ré-orientation du joint de grains* (le maclage ne conduit pas seulement à une modification de la distribution des orientations, mais également à une modification de la structure des joints de grains) renforcent cette idée de sélectivité de la formation de macles [Wilbrandt 92]. En particulier, il montre, par une étude MET sur la formation de chaînes de macles dans l'aluminium, que la quantité relativement importante de fortes désorientations ($40^\circ \langle 111 \rangle$) est la conséquence d'une faible tendance à la formation de macles dans ce matériau relié à sa forte valeur d'énergie de faute d'empilement. Wilbrandt suppose également que toute formation de chaînes de macles conduit à la création d'une ou plusieurs orientations ayant un avantage de croissance, dû à la formation de joints de grains mobiles (de l'ordre de $40^\circ \langle 111 \rangle$). Cependant, par manque de données expérimentales (aucune technique ne permettant à ce jour une quantification du processus de maclage) il n'est pas possible d'expliquer les mécanismes mis en jeu dans la formation de macles, ainsi que les liens existant entre orientation cristalline, processus de maclage et texture de recristallisation.

Etudes récentes contribuant à l'émission d'hypothèses concernant le développement des textures de recristallisation dans les métaux cfc

Seules les grandes lignes des travaux que nous avons choisi d'explicitier dans ce paragraphe sont présentées. En particulier, nous retenons les travaux de Necker sur le cuivre

3. Rappelons que, cristallographiquement, les macles de déformation et de recuit sont identiques, et sont constituées de défauts d'empilement selon les plans $\{111\}$.

pur, d'Engler sur les alliages Cu-%Mn (le pourcentage atomique de Mn variant entre 4 et 16 %) et enfin, les travaux de Baudin *et al.* sur le matériau Fe-36%Ni. Tous ces matériaux subissent avant tout traitement de recuit en laboratoire des déformations industrielles à froid par laminage.

Cuivre pur. Necker, par une étude basée sur l'acquisition de données par DRX (mesures des textures globales), MEB/EBSD (mesures des orientations locales) et calorimétrie (estimation de l'énergie stockée globale) sur le cuivre pur LAF pour des taux de déformation variant entre $\varepsilon = 1,0$ et $\varepsilon = 4,5$, aboutit à un certain nombre d'hypothèses concernant le développement de la texture de recristallisation partant d'une texture de déformation donnée [Necker 97]. Il observe que des textures de déformation quasi-similaires conduisent à des textures de recristallisation bien différentes. Une approche par DRX des textures globales montre qu'aux plus faibles taux de déformation (pour $\varepsilon = 1,0$ et $\varepsilon = 2,0$), la texture de recristallisation est pratiquement isotrope, avec une présence des composantes de laminage (Bs, S et C), mais de plus faible poids que l'orientation Cube (figure 1.14). Ce manque d'intensité relié aux orientations de déformation prouve que ces dernières ne possèdent pas l'attribut nécessaire pour une germination et une croissance leur permettant de dominer clairement la texture de recristallisation. Necker suppose que la texture *aléatoire* obtenue après recristallisation peut être due au processus de maclage et à la germination/croissance d'orientations peu présentes dans la texture de déformation, mais possédant un potentiel combiné germination/croissance. La texture aléatoire est remplacée aux plus forts taux de déformation par une texture Cube marquée. Une étude des orientations locales lui permet d'évaluer la fraction volumique de matériau orienté Cube au sein de la microstructure de déformation, la fraction volumique de matériau proche de Cube augmente (pour une tolérance angulaire maximum de 5°), même si au sein d'une certaine tolérance angulaire plus importante (de l'ordre de 15°), globalement, la fraction volumique de Cube est moins importante aux forts taux de déformation. Ceci permet de conclure que l'orientation Cube est moins dispersée et s'affine avec une augmentation du taux de déformation. Il détermine une fraction volumique pour le matériau LAF à $\varepsilon = 1,0$ de l'ordre de 7 % pour une tolérance angulaire de 20° , avec seulement une fraction de 0,1 % comprise entre 0 et 5° , la majorité de l'orientation Cube étant comprise entre 15° et 20° . Pour les taux de déformation de $\varepsilon = 1,0$ et $\varepsilon = 2,0$, les grains Cube à l'état déformé ont pour voisins presque toutes les orientations: aucune règle précise ne semble exister. L'orientation Cube possède ainsi une variété de potentiels de croissance, associée à ses différents environnements (série de désorientations et différences d'énergie stockée entre l'orientation Cube et les autres orientations). Par contre, pour $\varepsilon > 2,0$, la fraction volumique de composante Cube augmente pour des tolérances angulaires comprises entre $10-15^\circ$ et $5-10^\circ$. L'orientation Cube au sein de la texture déformée devient plus fine (dans le sens d'une dispersion angulaire moins élevée autour de la position idéale). Il suppose également que la relation de désorientation $40^\circ \langle 111 \rangle$ entre les bandes Cube et les grains déformés proches de l'orientation S (environnement qu'il observe plus fréquemment pour l'orientation Cube aux plus forts taux de

réduction) provoque une croissance plus marquée des zones Cube proches de la position idéale.

Necker observe que les zones à l'exacte position Cube restaurent plus facilement que les zones pour lesquelles la désorientation par rapport à la position Cube peut atteindre quelques degrés (entraînant ainsi une différence d'énergie stockée plus importante dans le premier cas que dans le second). Il explique ainsi la formation de la texture de recristallisation Cube par une restauration plus rapide dans le premier cas. Il en vient de plus à appuyer la théorie de l'orientation pinning, puisqu'aux plus faibles taux de réduction, la fraction volumique d'orientation Cube déterminée à partir des mesures EBSD sur les états déformés est la plus élevée.

Remarques :

Les observations expérimentales effectuées par Necker permettent de confirmer certaines hypothèses, et en particulier la dualité du processus germination orientée / croissance orientée, assurant pour des taux de déformation $\varepsilon > 2$ (soit un taux de réduction par LAF de $\Delta = 90$ %), une texture de recristallisation de type Cube. Le rôle de l'énergie stockée est clairement mis en évidence, même si sa quantification n'est que globale. Cependant, aucune précision n'est vraiment apportée concernant le rôle du maclage de recristallisation dans la constitution de la texture de recuit. La pseudo-isotropie obtenue pour les taux de déformation les moins élevés n'est pas intrinsèquement expliquée, la germination de grains d'orientations autres que la composante Cube n'ayant pas été étudiée de manière complète.

Alliages Cu-%Mn. L'un des nombreux intérêts des alliages Cu-%Mn est dû à la grande miscibilité existante entre le cuivre et le manganèse, permettant l'ajout jusqu'à 12 % d'atomes de manganèse au sein du cuivre sans une modification notable de l'énergie de faute d'empilement, ce qui n'est pas le cas pour les alliages Cu-%Zn et Cu-%Al. Ces matériaux autorisent alors une étude de l'effet de la composition tout en s'affranchissant des mécanismes tels que le maclage (prépondérant dans le cas d'alliages à faible valeur de γ_{SFE}) ou la formation au cours de la déformation plastique de bandes de cisaillement. Engler effectue une caractérisation complète des états déformés et recristallisés par analyse des textures globales par DRX et mesure des orientations locales par EBSD dans une série d'alliages Cu-%Mn avec des pourcentages atomiques en Mn de 4, 8 et 16 % [Engler 01]. Les taux de déformation par LAF varient dans une gamme importante: $50 \leq \Delta \leq 97,5$ %. Engler, pour une meilleure quantification des mesures globales de textures, utilise la méthode de décomposition des FDO en FG (méthode introduite au paragraphe 1.1.1, [Virnich 78b]). Les résultats concernant la décomposition des FDO des états LAF et recristallisés sont résumés à la figure 1.15. Les textures de recristallisation pour l'ensemble des matériaux étudiés sont constituées par les mêmes orientations, mais de poids et dispersions variables en fonction du pourcentage atomique de Mn et du taux de déformation. Le matériau Cu-4%Mn présente pour des taux de réduction de $\Delta < 90$ % une texture relativement dispersée comprenant l'orientation Cube, les orientations appartenant à la texture de déformation de type fibre- β (Bs, C et S regroupées sous l'appellation orientations R), l'orientation BR,

les orientations minoritaires P et U (dérivant des orientations appartenant à la texture de déformation de type fibre- α) ainsi que les orientations aléatoires pouvant constituer jusqu'à 80 % de la texture. Pour des taux de déformation supérieurs à 90 %, la fraction volumique de matériau associé à l'orientation Cube augmente tandis que celle associée aux orientations aléatoires diminue. Dans le cas du matériau Cu-8%Mn, tandis que le maximum de la texture est observé pour l'orientation Cube tournée d'une vingtaine de degrés (jusqu'à 22° autour de DL pour les taux de déformation les plus élevés, dans le cas de l'alliage Cu-16%Mn, le maximum de la texture de recristallisation est observé à la position de l'orientation G.

Par analyse EBSD des sites de germination, Engler en vient à considérer trois classes différentes de sites de germination, chacune de ces classes conduisant à des mécanismes différents lors de la recristallisation :

- * les grains non-équiaxes parallèles à DL conduisent à la formation de grains Cube,
- * les grains non-équiaxes parallèles à DL conduisent à la formation de grains d'orientations regroupés selon l'appellation R,
- * les nouveaux grains ayant germé à partir des bandes de cisaillement au sein de la matrice déformée, conduisent à l'apparition à l'état recristallisé de grains d'orientations BR et proches des orientations appartenant à la texture de fibre- α .

L'augmentation de la fraction volumique à l'état recristallisé de l'orientation BR avec un pourcentage plus élevé de manganèse en solution solide amène Engler à supposer que le nombre de bandes de cisaillement augmente fortement avec l'ajout de Mn, pour conduire à une germination se produisant majoritairement au sein de ces bandes (la relation d'orientation entre BR/Bs équivaut approximativement à la relation $40^\circ \langle 111 \rangle$). Les bandes de cisaillement interagissant avec les bandes de transition Cube, détruisent les sites potentiels de germination de l'orientation Cube [Ridha 82]. L'absence de macles (obtenues par relation de $60^\circ \langle 111 \rangle$ par rapport à l'orientation Cube) pour tous les matériaux étudiés montre que le processus de maclage n'est pas responsable ici de la pseudo-isotropie obtenue aux plus faibles taux de déformation. Les orientations appartenant à la classe R germent de façon préférentielle aux joints de grains.

Alliage Fe-36%Ni. Les travaux réalisés par l'équipe de Baudin et Penelle sur le Fe-36%Ni permettent de mieux comprendre au travers d'une étude couplant l'expérimentation (diffraction X et neutrons pour les textures globales, couplage EBSD/MEB et mesures des orientations locales dans le MET) et la modélisation (code Monte-Carlo) les mécanismes de recristallisation dans les métaux et alliages cfc [Julliard 01], [Baudin 01]. De façon identique au cuivre, le matériau Fe-36%Ni développe une texture de type fibre- β , qui s'accroît avec une augmentation du taux de déformation. Après recristallisation, la texture présente pour les forts taux de déformation (LAF avec $\Delta \geq 95\%$) une texture Cube marquée. Pour des taux moins élevés, la texture est relativement dispersée, avec la présence au sein de la microstructure recristallisée des orientations Cube, Bs, C, S et une part importante d'orientations aléatoires (constituant jusqu'à 50 % de la texture dans le matériau LAF

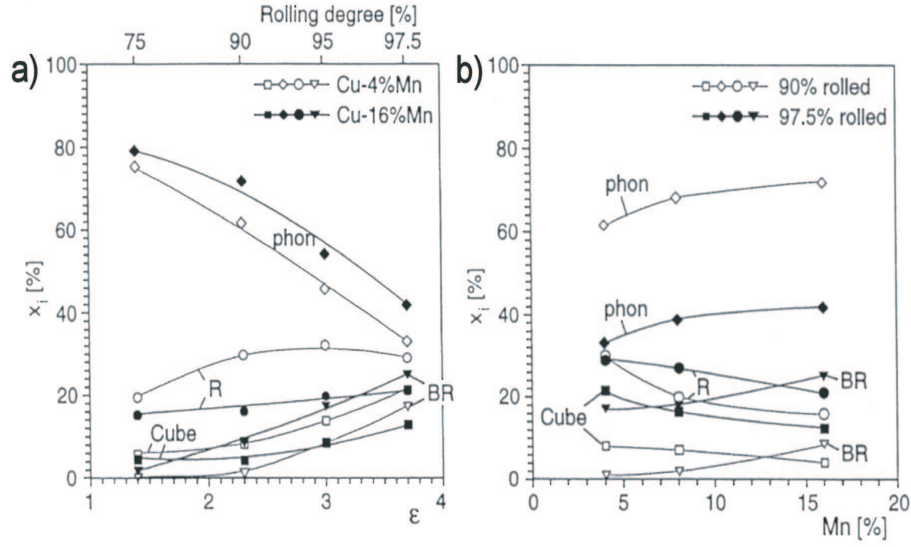


FIG. 1.15 – Evolutions des fractions volumiques x_i , après recristallisation, des quatre classes d'orientations considérées, i.e. Cube, BR, R (=composantes de laminage fibre- β), Phon (=orientations aléatoires). a) En fonction du taux de déformation. b) En fonction du pourcentage atomique de Mn. [Engler 01]

$\Delta = 80$ %). Baudin *et al.* mettent en avant le potentiel de germination et croissance de l'orientation Cube au cours de la recristallisation et l'expliquent par la capacité de restauration de cette orientation, d'autant plus élevée aux forts taux de déformation. A l'état déformé, la composante Cube se présente sous la forme de bandes de transition (transition entre l'orientation Cube et l'orientation G), pour lesquelles la désorientation augmente avec le taux de déformation. Ces bandes de transition sont les sites de germination de l'orientation Cube aux plus forts taux de déformation, une forte désorientation et une forte différence d'énergie stockée étant requises pour assurer une germination et une croissance de ces sous-grains [Zaefferer 01].

1.2.5 Liens entre énergie stockée et recristallisation

L'énergie stockée représente le moteur de la recristallisation statique et est supposée déterminer les étapes de germination et de croissance des grains au sein de la matrice déformée, bien que sa contribution véritable ne soit pas clairement définie. Par étude des mécanismes de recristallisation sur du cuivre mono et multicristallin après LAF (de l'ordre de $\Delta = 35$ %), Mohamed et Bacroix observent une diminution de la température critique de recristallisation, ainsi qu'un processus de recristallisation engendré par une différence d'énergie stockée et caractérisé par une germination intergranulaire [Mohamed 00]. Cependant, l'observation d'un maillage multiple au cours du processus les conduit à supposer que l'apport de nouvelles orientations ne peut être géré directement par l'énergie stockée

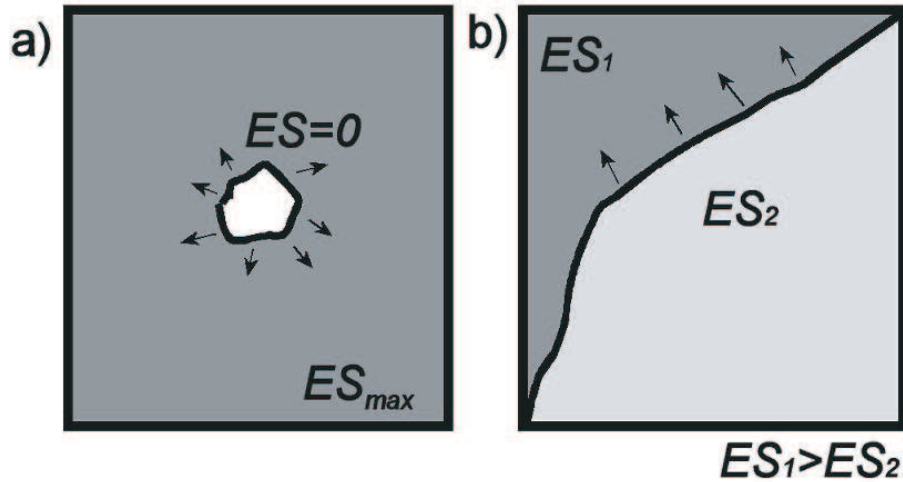


FIG. 1.16 – Schéma de l'évolution de la microstructure lors de l'étape de germination. a) Germe au sein de la matrice déformée. b) Germination par mouvement d'un joint de grains préexistant.

elle-même.

Le lien entre énergie stockée et mécanismes de germination montre que la différence entre l'énergie associée au germe en croissance et celle relative à la matrice environnante est cruciale et conditionne la texture de recristallisation [Gottstein 02]. Cependant, les deux cas représentés à la figure 1.16 peuvent, dans le sens décrit, être favorable à la germination. Le premier schématise le cas où le germe d'énergie stockée nulle est inclus dans un grain déformé de densité de dislocations élevée, donc d'énergie stockée maximum. Le second considère que la différence d'énergie de part et d'autre d'un joint préexistant suffit à générer un mouvement de ce dernier lors de la recristallisation. Il est nécessaire d'évaluer au mieux l'importance de chacun de ces mécanismes lors de l'étape de germination. Une quantification, permettant de confirmer la réalité physique de l'un ou l'autre mécanisme, est bien sûr particulièrement difficile, mais possible par étude en microscopie électronique.

1.3 Conclusions

Les hypothèses et théories concernant l'étape de recristallisation, en particulier dans les métaux cfc sont diverses, et tentent d'expliquer avec plus ou moins de succès les évolutions microstructurales et texturales observées expérimentalement. Cependant tous les travaux s'accordent à dire que l'énergie stockée lors de la déformation joue un rôle majeur dans les étapes de germination et croissance des nouveaux grains, bien qu'une quantification absolue de ce paramètre n'ait pas encore été réalisée aujourd'hui, les résultats variant de façon non-négligeable d'une technique à une autre. Au vu de l'influence de l'état déformé sur l'état final après recristallisation, une étude expérimentale ou de modélisation des mécanismes de

recristallisation ne peut se faire sans une caractérisation préalable de l'état de déformation (caractérisation des textures et microstructures des matériaux déformés). Le rôle de chacune des étapes de la recristallisation, la germination d'une part, et la croissance d'autre part, doit être évalué au mieux, au travers d'une caractérisation globale (textures par diffraction X) et locale (microstructures par MEB et MET, étude des orientations locales), permettant le suivi en fonction de la fraction recristallisée du processus de recuit. L'apport d'informations à l'échelle locale (en particulier, les distributions des orientations locales, les désorientations) est rendu possible par la technique d'EBSD, outil à présent indispensable dans l'étude des mécanismes de recristallisation. Les mesures d'énergie stockée par analyse des profils de diffraction X semble la méthode la plus judicieuse, puisqu'elle permet d'effectuer des mesures quantitatives et statistiques associées aux orientations majeures de la texture, et ceci de manière individuelle pour chacune des composantes considérées.

Des mesures expérimentales complémentaires doivent donc être effectuées afin de comprendre en particulier :

- * Le rôle joué par l'état de déformation (en termes de texture et microstructure), c'est-à-dire l'énergie stockée et la distribution des joints de grains.
- * Comment sont obtenues dans le cas du cuivre pur, la texture de recristallisation de type Cube (orientation Cube majoritaire dans le cas de déformations au-dessus du seuil observé) et la texture quasi-isotrope (obtenue après recristallisation pour des taux de déformation en-dessous du seuil).
- * Les mécanismes permettant d'assurer à l'orientation Cube une germination et une croissance rapides.
- * Dans quelle mesure intervient le processus de maclage de recristallisation.
- * Comment se développe la texture de recristallisation de type BR dans les alliages Cu-%Zn.
- * Le rôle joué lors de la recristallisation par les hétérogénéités de déformation, bandes de cisaillement, bandes de déformation, bandes de transition...

Chapitre 2

Etude expérimentale

L'étude expérimentale constitue la base de l'émission d'hypothèses concernant les mécanismes de recristallisation statique dans nos matériaux. Cette approche est complétée par une partie simulation, basée sur les données expérimentales acquises au travers de différentes techniques de caractérisation (cf. chapitre 4); elle permet de confirmer certaines des théories mises en avant lors de l'étude bibliographique ou nouvellement émises à la suite de ce travail. Après une présentation générale des matériaux étudiés et des traitements thermomécaniques imposés à ces derniers, les principes directeurs et modes opératoires des techniques expérimentales utilisées sont présentés. Les principaux résultats concernant cette étude appliquée aux matériaux cuivre et laitons- α sont présentés au chapitre suivant.

2.1 Matériaux d'étude

L'ensemble des matériaux étudiés est constitué de métaux et alliages industriels provenant de la société GRISSET (SA), produisant essentiellement des produits plats à partir du cuivre, de laitons et bronzes (alliages divers du cuivre), et à partir de différents alliages d'aluminium.

2.1.1 Types de matériaux

Cuivre électrolytique

Trois nuances de cuivre fonction du taux d'oxygène sont mises en évidence (tableau 2.1): le cuivre contenant de l'oxygène (nuance I), le cuivre désoxydé avec désoxydant résiduel (nuance II) et le cuivre exempt d'oxygène ou désoxydé sans désoxydant résiduel (nuance III).

Il existe en particulier deux types de cuivre exempts d'oxygène, qui se distinguent par leur niveau de pureté. Ces matériaux présentent des conductivités électrique et thermique particulièrement élevées (de l'ordre de $390 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour la conductivité thermique à 20°C et de l'ordre de $385 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour la capacité thermique massique à 20°C).

Nuance		Teneur en cuivre (%)	Impuretés (ppm)
I	Cu-a₁ ISO: Cu-ETP (electrolytic Tough Pitch)	99,99	O : 200 - 400 Ag : 5 - 20 S, Fe, Ni : 5 - 15 As, Se, Sn, Pb : 1 - 5 Te, Au, Bi : < 1
	Cu-a₂ ISO: Cu-FRHC (Fine Refined High Conductivity)	≥ 99,99	O : 200 - 400 Ag : 5 - 20 S, Fe, Ni : 5 - 15 As, Se, Sn, Pb : 1 - 5 Te, Au, Bi : 1 - 5
	Cu-a₃ ISO: Cu-FRTP (Fine Refined Tough Pitch)	99,85	O : 200 - 400 Ag : 5 - 20 S, Fe, Ni : 10 - 20 As, Se, Sn, Pb : 1 - 5 Te, Au, Bi : 1 - 5
II	Cu-b₁ ISO: Cu-DHP (Deoxidised High Residual Phosphorus)	99,90	P : 130 - 500
	Cu-b₂ ISO: Cu-DLP (Deoxidised Low Residual Phosphorus)	99,90	P : 40 - 120
III	Cu-c₁ ISO: Cu-OF (Oxygen Free)	99,95	Ag : 5 - 20 S, Fe, Ni : 5 - 15 As, Se, Sn, Pb : 1 - 5 Te, Au, Bi : < 1
	Cu-c₂ ISO: Cu-OFE (Oxygen Free Electronic)	99,99	Ag : 1 - 5 S, Fe, Ni : 5 - 15 As, Se, Sn, Pb : 1 - 5 Te, Au, Bi : < 1

TAB. 2.1: Nuances du cuivre.

De plus, ils sont insensibles aux atmosphères inertes. Dans notre cas, le matériau cuivre étudié, désigné par sa norme *ISO Cu-OFE* (Oxygen Free Electronic Grade) a une teneur minimale en cuivre de 99,99 %, ce qui correspond à un total d'impuretés inférieur à 100 ppm (principalement les éléments suivants: Ag, S, Fe, Ni).

Alliages de cuivre : laitons- α

Les laitons remplacent économiquement le cuivre dans de nombreux emplois, en raison du moindre prix du zinc. De plus, ils ont des applications extrêmement variées du fait de l'éventail très étendu de leurs propriétés. Selon leur composition, les laitons peuvent être soit moulés, soit travaillés à chaud ou à froid. A l'état recuit, ils supportent aisément des déformations importantes (emboutissages profonds), tandis que l'écrouissage leur confère une résistance à la rupture, une limite élastique et une dureté relativement élevées.

Les laitons dits *simples* ou *binaires* renferment essentiellement du cuivre et du zinc, la composition de ce dernier pouvant varier de 5 à 45 % massique. A température ambiante, les laitons sont monophasés (phase dite α) jusqu'à 33 % en poids en zinc, tandis que pour des valeurs en masse allant de 33 à 46 %, l'alliage est biphasé ($\alpha + \beta'$) (figure 2.1). Deux types de matériaux industriels aux compositions massiques de zinc de 15 et 33 % ont été caractérisés; ils sont appelés par la suite respectivement CuZn15 et CuZn33.

2.1.2 Traitements thermomécaniques appliqués

Les traitements thermomécaniques industriels imposés contiennent un ensemble d'au maximum 8 étapes successives (figure 2.2). Les matériaux subissent en premier lieu un laminage à chaud, suivi d'un traitement superficiel de la tôle en sortie de ligne à chaud. Plusieurs laminages à froid et recuits successifs sont ensuite appliqués aux métaux et alliages. Le nombre de passes et les taux de réduction associés aux étapes de déformation à température ambiante sont fonction de l'épaisseur finale souhaitée et des domaines d'application du matériau obtenu en fin de mise en forme. Les recuits industriels se font en général à des températures relativement basses (de l'ordre de 300°C dans le cas du cuivre électrolytique) pour des temps longs (variant de une à quelques heures). En laboratoire, afin de disposer d'une série complète d'échantillons partiellement et totalement recristallisés, différentes méthodes de recuits ont été utilisées en fonction de la gamme de température considérée. Les méthodes de recuit à bains offrent les meilleures conditions d'homogénéité en température, pour des temps relativement rapides. De plus, aucun contrôle ni aucun dispositif ne sont nécessaires pour conserver la température imposée, celle-ci ne variant en général pas plus d'un degré. C'est pourquoi ont été utilisés des fours spécifiques à bain d'huile de silicone (permettant d'accéder à la gamme de température 50-300°C) et à bain de sels de nitrates STAL250 (gamme de température 300-550°C. Une simple trempe à l'eau est réalisée après chaque recuit.

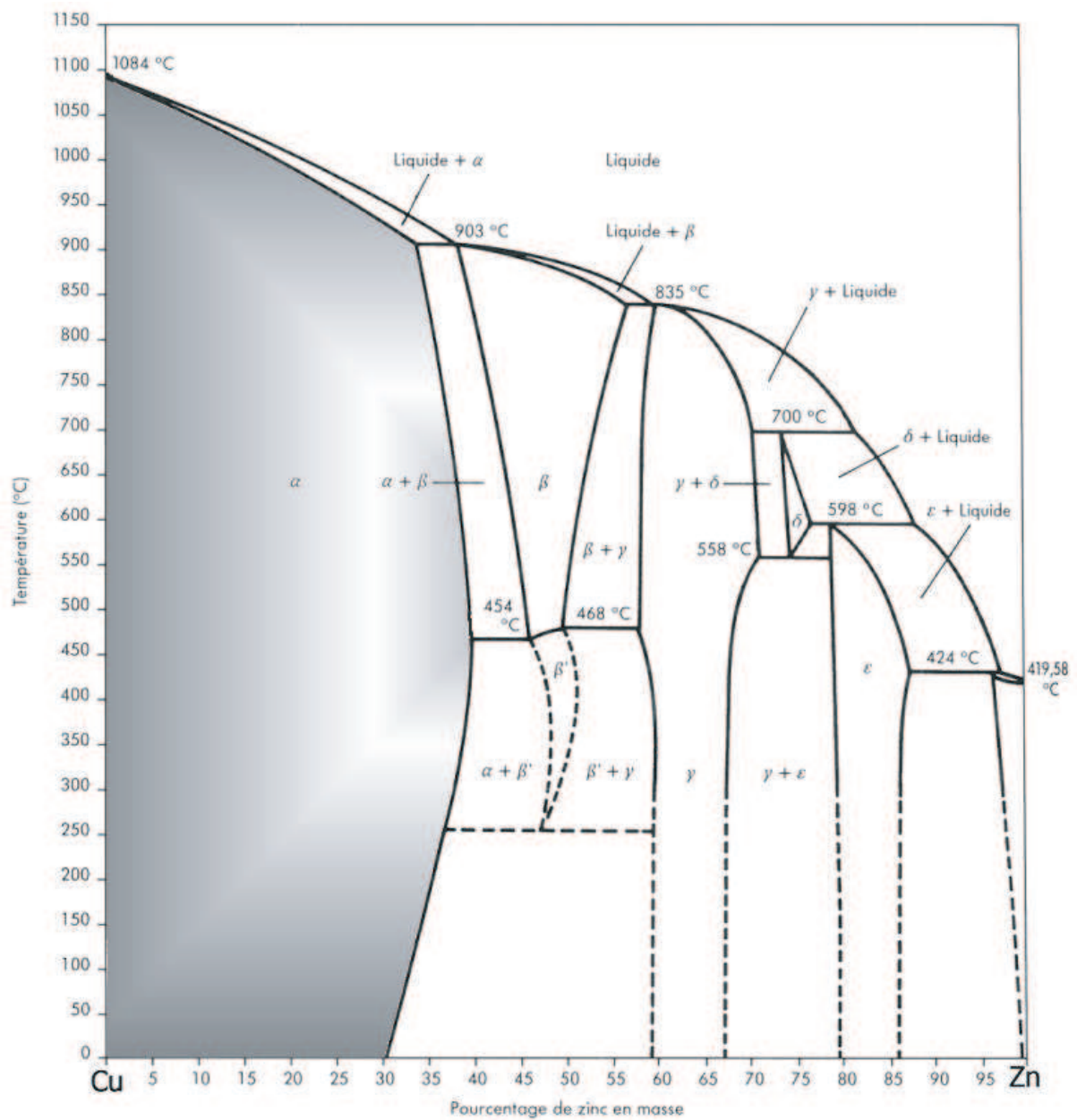


FIG. 2.1 – Diagramme de phase binaire Cu-Zn (% massique en zinc).

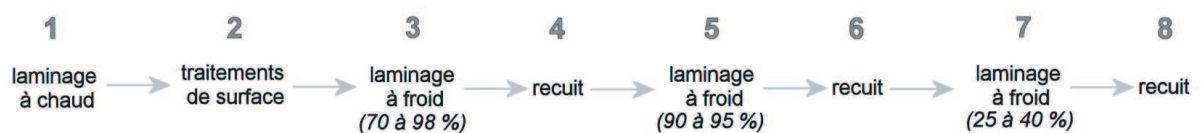


FIG. 2.2 – Schéma du traitement thermomécanique industriel imposé.

2.2 Techniques expérimentales

Les techniques expérimentales utilisées sont ici brièvement explicitées. Les principes directeurs de chacune d'elles sont mis en avant, ainsi que les intérêts qui résultent de chacune d'elles à l'étude des mécanismes de recristallisation. Au vu de l'ensemble des outils expérimentaux mis à notre disposition, les techniques principales de caractérisation apportent les informations nécessaires et ceci aux différentes échelles d'investigation. Ce paragraphe fait également état des méthodes de calcul et d'approches quantitatives diverses fondées sur un certain nombre de données acquises par application des techniques expérimentales décrites. Certaines sont originales (par exemple, la détermination de la fraction recristallisée à partir des mesures locales des orientations par technique d'EBSD, paragraphe 2.2.4); d'autres ont été développées à partir de théories existantes (comme l'estimation des densités de dislocations à partir de profils de raies par mesures de diffraction X, paragraphe 2.2.3).

Remarque : différentes méthodes plus ou moins précises permettant la détermination de la fraction recristallisée et des cinétiques de recuit sont utilisées. La plus courante, et certainement la plus simple à mettre en place, consiste à mesurer la microdureté sur une série d'échantillons déformés, partiellement et totalement recristallisés. Les valeurs de microdureté des matériaux déformés et recristallisés servant de références. Par analyse d'images (issues d'études par microscopie optique ou par microscopie électronique), un certain nombre d'autres méthodes permet d'accéder à ces valeurs de fractions recristallisées procédant par une distinction qualitative entre les grains recristallisés et la matrice déformée. Ces dernières années ont permis, grâce au couplage MEB/EBSD, l'acquisition rapide et automatique d'un nombre conséquent de données. En particulier, l'indice de qualité (appelé q par la suite, définition en annexe E) est un paramètre clé dans la détermination de la fraction recristallisée.

2.2.1 Mesures de microdureté

Principe de mesure.

La dureté de Vickers est définie par :

$$H_v = \frac{F}{S}, \quad (2.1)$$

où F est la charge appliquée en kgf, et S la surface de l'empreinte en mm^2 .

La valeur S s'obtient à partir de la mesure de la diagonale d en mm.

$$S = \frac{d^2}{2 \cos 22^\circ} \quad (2.2)$$

soit :

$$H_v = \frac{1,8544F}{d^2} \quad (2.3)$$

Lors de notre étude, la charge appliquée en kgf était de 0,5 pour l'ensemble des matériaux étudiés, pour un temps constant de 15 secondes.

Les mesures de microdureté de Vickers permettent l'estimation de la fraction recristallisée au sein de nos matériaux. Dix mesures sont réalisées par échantillon et par état et sont considérées comme représentatives d'un état donné.

Méthode de détermination de la fraction recristallisée

La microdureté diminue de façon significative lors de la recristallisation. Cependant, cette technique, simple à mettre en oeuvre, présente un certain nombre d'inconvénients. Par exemple, elle est inadaptée quand l'échelle des hétérogénéités présentes au sein de la microstructure est plus importante que la taille de la zone analysée par cette technique. De plus, la microdureté relative à un grain dans un matériau polycristallin dépend du degré de restauration ainsi que de l'orientation cristalline. La relation entre la fraction recristallisée et la microdureté n'est donc en conséquence pas très précise.

Une simple loi des mélanges est appliquée pour la détermination de la fraction recristallisée :

$$X_v = \frac{H_v(\text{état déformé}) - H_v(\text{état partiellement recristallisé})}{H_v(\text{état déformé}) - H_v(\text{état recristallisé})} \quad (2.4)$$

avec :

$H_v(\text{état déformé})$ = valeur moyenne de microdureté du matériau déformé,

$H_v(\text{état partiellement recristallisé})$ = valeur moyenne de microdureté du matériau partiellement recristallisé,

$H_v(\text{état recristallisé})$ = valeur moyenne de microdureté du matériau recristallisé.

Les cinétiques obtenues à partir des mesures de la microdureté de Vickers pour l'ensemble des matériaux étudiés sont présentées au paragraphe 3.2, à la figure 3.2.

2.2.2 Mesures des textures par diffraction des rayons X

Préparation des échantillons de mesure

Avant toute mesure de texture globale, une préparation de la surface des échantillons est nécessaire. Sur l'ensemble des matériaux déformés, partiellement et totalement recristallisés, le même type de préparation a été appliqué. Il consiste à effectuer un polissage mécanique jusqu'au papier de granulométrie 1200. Une attaque à l'acide nitrique (HNO_3 , dilué à 64 %) durant une dizaine de secondes permet d'enlever la couche écrouie par le polissage mécanique dans le cas du cuivre et des laitons- α . Après rinçage à l'eau et à l'éthanol, les textures des matériaux sont mesurées selon la direction normale (direction de laminage et direction transverse contenues dans le plan de mesure).

Principes généraux de la diffraction des rayons X

La diffraction se produit quand une radiation électromagnétique interagit avec les atomes d'un réseau cristallographique et quand la longueur de l'onde diffractée équivaut à l'espace interréticulaire. A partir des relations basées sur les découvertes de Laue et Bragg, la diffraction des rayons X peut être interprétée comme une réflexion sur une famille de plans $\{hkl\}$. Pour une famille donnée de plans cristallographiques $\{hkl\}$, de distance interréticulaire d , la relation de Bragg donne la relation entre l'angle d'incidence θ (angle de Bragg) du faisceau par rapport aux plans considérés $\{hkl\}$, sa longueur d'onde λ et d :

$$2d \sin \theta = n\lambda, \quad (2.5)$$

où n est un entier et représente l'ordre de diffraction.

Principe de mesure des textures cristallographiques

Les textures cristallographiques peuvent être déterminées par différentes techniques expérimentales. La plus couramment utilisée procède par application de la méthode de Schultz en réflexion, pour laquelle un dispositif particulier permet d'accéder à l'ensemble des plans $\{hkl\}$ pour chaque orientation cristallographique constituant la texture. L'angle entre le faisceau incident et le détecteur (2θ) est fixé par la loi de Bragg en fonction de la longueur d'onde et de la famille de plans cristallographiques $\{hkl\}$ à mesurer. L'ensemble des orientations (et donc des familles de plans $\{hkl\}$) constituant la texture est accessible en utilisant un goniomètre de texture permettant l'application d'un système d'angle de rotations φ et χ (figure 2.3). La normale à la surface de mesure de l'échantillon est placée parallèlement à l'axe de rotation φ et tourne selon ce dernier dans son propre plan. L'angle de rotation par rapport à l'angle φ correspond à l'angle azimutal et la rotation selon χ correspond à une rotation polaire. A chaque instant, l'intensité diffractée sur les familles de plans du réseau est proportionnelle au volume de cristallites ayant l'orientation g .

Le diffractomètre utilisé pour la détermination des textures est un goniomètre quatre cercles (INEL) placé à la sortie d'un faisceau monochromatique de rayons X de type Cobalt. Les mesures sont réalisées par pas de 5° en azimut et par pas de $2,5^\circ$ en déclinaison (les angles de déclinaison variant de 0 à 80°). Les figures de pôles brutes sont corrigées du bruit de fond et de la défocalisation, puis sont normalisées. La même procédure est adoptée pour tous les échantillons, c'est-à-dire détermination par mesure des angles de Bragg des familles de plans $\{hkl\}$ les plus intenses, puis mesures des textures sur ces familles, à savoir les trois familles de plans $\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$. Les Fonctions de Distribution des Orientations (FDO) sont ensuite calculées à l'aide de la méthode harmonique ([Bunge 82], cf. annexe A.3.2), avec un développement jusqu'à $l_{max} = 22$.

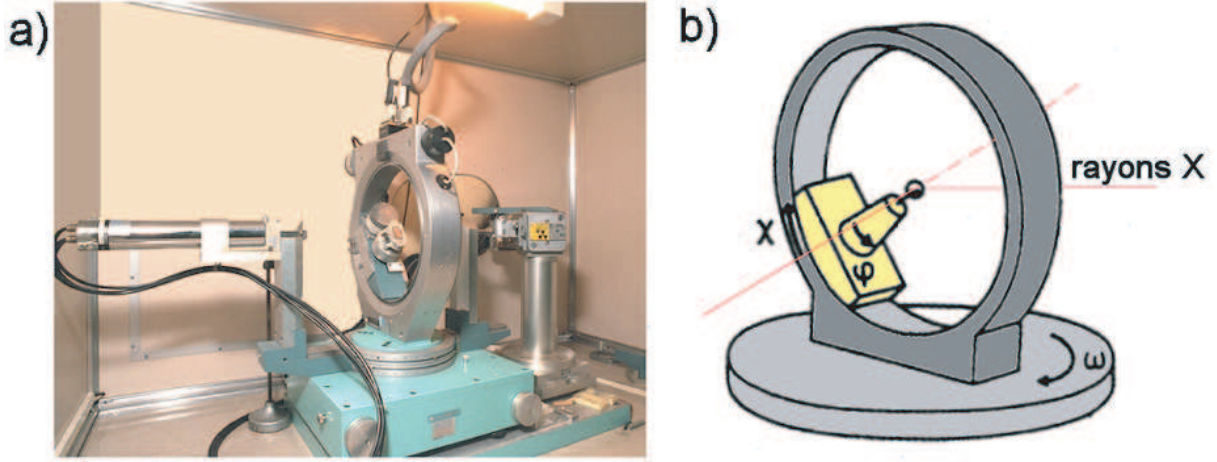


FIG. 2.3 – a) Appareillage de mesures de texture globale. b). Schéma du goniomètre.

Quantification des évolutions des textures globales au cours de la recristallisation

Cette méthode consiste à effectuer une déconvolution en plusieurs fonctions standard gaussiennes définies dans l'espace des angles d'Euler à partir des FDO calculées. Bunge fut le premier à proposer ce type de décomposition [Bunge 82]. Chacune des FG définies a un maximum localisé à une orientation donnée g_0 dans l'espace d'Euler, et les valeurs de ces fonctions décroissent de g_0 jusqu'aux orientations g . Matthies *et al.* [Matthies 87] ont développé cette méthode par description des FG selon des termes de fonctions de Bessel, appelées *fonctions standard*. Chacune des fonctions standard peut être reliée à une composante idéale (ou plusieurs comme nous le verrons par la suite), et l'ensemble des composantes idéales est représentatif de la texture étudiée. Dans le cas d'une texture relativement marquée (par exemple, après LAF à un fort taux de réduction), les FG standard peuvent être formulées comme suit :

$$h(S, w) = \sqrt{8\pi S^3} e^{-\frac{S}{2} w^2} \quad (2.6)$$

avec : w = distance (en $^\circ$) dans l'espace des angles d'Euler entre les orientations g_0 et g ,

$$S \approx \frac{8 \ln 2}{b^2} \quad (2.7)$$

où b est la largeur à mi-hauteur de la FG considérée.

Une texture cristallographique donnée peut être ainsi représentée par une somme de n FG, de valeurs de largeur à mi-hauteur différentes (S_i) et centrées sur les orientations g_i :

$$f(g) = \sum_{i=1}^n a_i \cdot h(S_i, w_i) \quad (2.8)$$

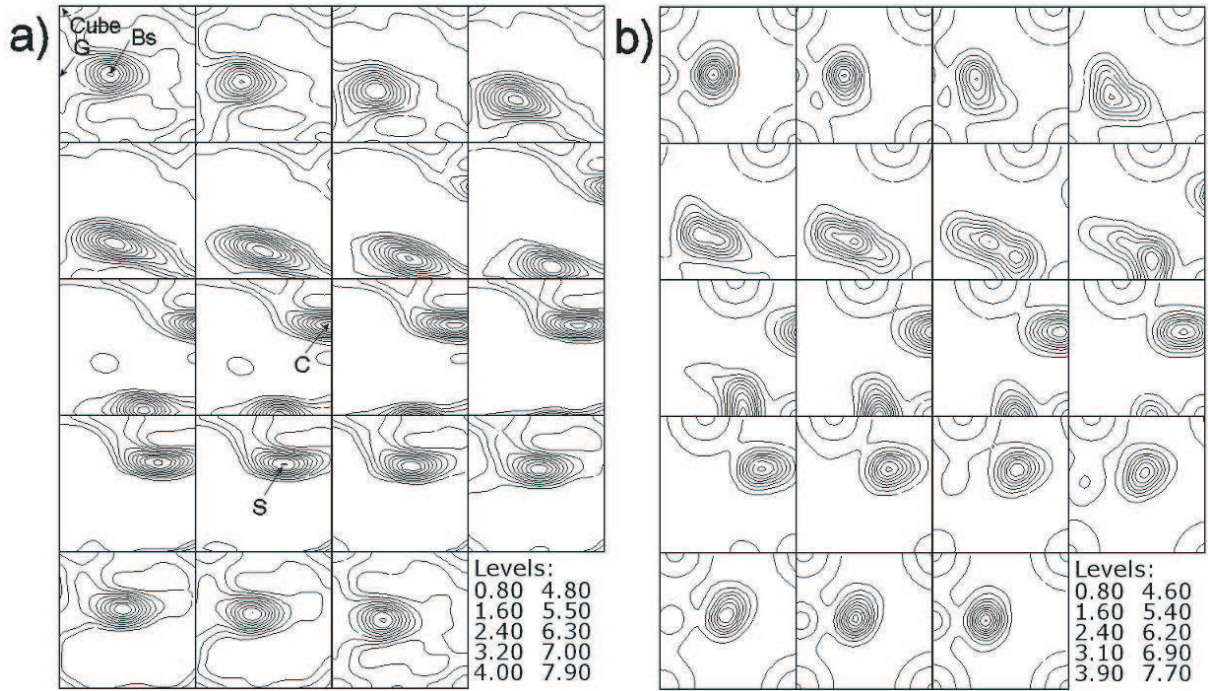


FIG. 2.4 – a) FDO calculée d'après la mesure de texture du cuivre électrolytique LAC. b) FDO décomposée par une somme de cinq FG.

où les coefficients a_i sont les facteurs de poids de chaque composante considérée.

Un programme écrit et développé par Tarasiuk permet la déconvolution d'une texture donnée en plusieurs fonctions gaussiennes, chacune reliée à une orientation idéale [Tarasiuk]. Après une procédure classique de minimisation, une série de coefficients a_i et largeurs à mi-hauteurs b_i reliées aux composantes idéales considérées est obtenue. La fraction volumique de chacune des orientations est simplement calculée comme étant la surface totale de chacun des pics gaussiens (avec prise en compte de la symétrie orthotrope). La quantification des textures après déformation ou le suivi de l'évolution des textures durant un processus de recuit est possible en considérant les variations des trois paramètres: l'intensité maximale du pic gaussien $f(g_i)$, la largeur à mi-hauteur b_i , reliée à la désorientation autour de l'orientation idéale, et la fraction volumique V_{x_i} pour chacune des composantes idéales de texture.

Exemple d'utilisation : la FDO après mesure de la texture d'un cuivre laminé à chaud est ici comparée à la texture modélisée après décomposition en FG standard (figure 2.4). Les cinq composantes introduites (Bs, G, S, C et Cube) sont suffisantes pour décrire l'ensemble de la texture.

Remarques :

* La relation entre b et w_o , permettant d'accéder à l'angle de dispersion (en $^\circ$), plus

généralement utilisé, équivaut à :

$$e^{(-b^2/w_0^2)} = \frac{1}{2} \quad (2.9)$$

Soit : $b \simeq 1,66w_0$.

La valeur généralement utilisée pour définir une certaine dispersion autour d'une orientation idéale correspond à $w_0 = 15^\circ$, soit une valeur de largeur à mi-hauteur de la gaussienne de $b \simeq 25^\circ$.

* La méthode de décomposition des FDO plus généralement utilisée consiste à considérer une partie de l'espace des angles d'Euler comme appartenant aux orientations aléatoires [Hirsch 88a]. Dans notre cas, nous ne considérons aucunement cette contribution relative à ces orientations. Nous ne décrivons en effet les FDO qu'en fonction d'un nombre limité d'orientations majoritaires, selon une valeur de dispersion autour de ces dernières. Cela revient à dire que la déformation et la recristallisation ne créent pas de composante aléatoire mais éventuellement de la dispersion autour des orientations stables.

2.2.3 Mesures des densités de dislocations par analyses de profils de diffraction des rayons X

Préparation des échantillons de mesure

La préparation de l'ensemble des matériaux est identique à celle appliquée en diffraction des rayons X "classiques" en réflexion. Les mesures sont ensuite réalisées sur différents plans cristallographiques de la texture.

Principe de mesure

L'acquisition des profils de diffraction des rayons X est réalisée sur des manipulations de grands instruments, type *rayonnement synchrotron* (RS). L'intérêt du RS réside dans la puissance du flux de photons X émis, permettant d'obtenir un rendement d'un facteur 10 à 10^3 par comparaison avec les expériences plus classiques réalisées en laboratoire, sachant qu'un flux très important est nécessaire pour un temps relativement long d'acquisition. De plus, les mesures à haute résolution requièrent un faisceau d'excellente qualité (géométrique et spectrale), tel que celui existant dans cette catégorie de montage. Le principe de ce type de rayonnement est fondé sur le fait expérimental suivant : toute particule chargée se déplaçant de façon non-uniforme (*i.e.* soumise à une accélération) émet un champ électromagnétique. Selon les directions respectives de l'accélération et du mouvement de la particule, deux phénomènes peuvent se produire indépendamment : *émission* ou *absorption d'ondes électromagnétiques*. Lors de l'absorption, il y a accélération des particules, tandis que lors de l'émission, la décélération a lieu. Le RS désigne le rayonnement émis par des particules de haute énergie se propageant dans le vide. La courbure provoquée par l'anneau

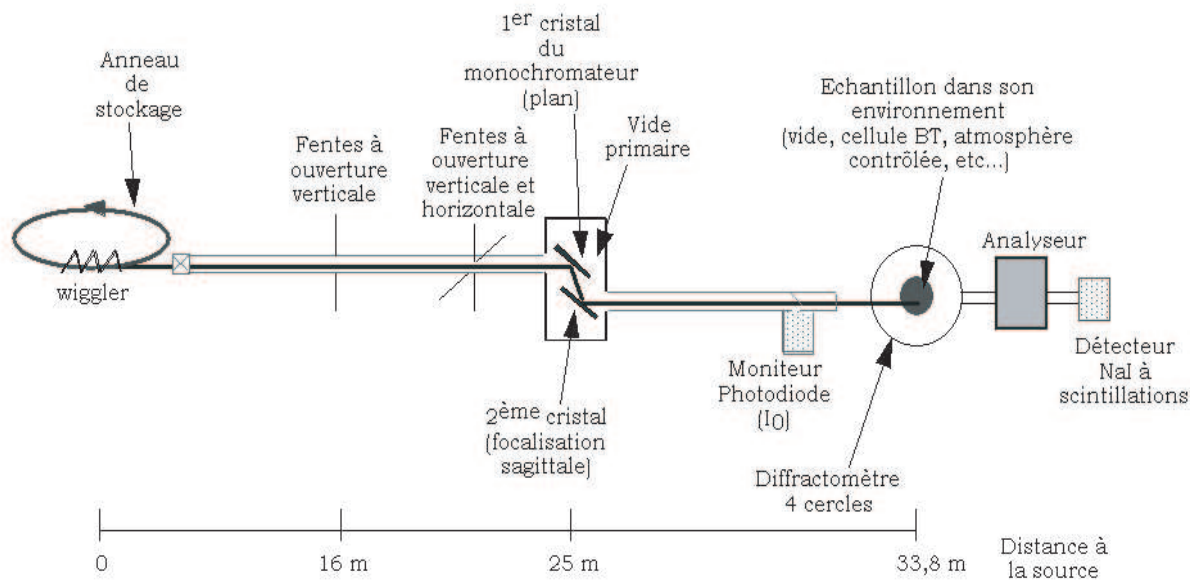


FIG. 2.5 – Schéma de principe de la ligne DW 22 du LURE.

de stockage déclenche l'émission du rayonnement. En d'autres termes, parce que la trajectoire des particules n'est ni rectiligne, ni uniforme, le rayonnement est émis. Le RS est créé au niveau des aimants de courbures dipolaires disposés régulièrement dans les anneaux de stockage, ainsi qu'au niveau des onduleurs disposées dans des parties rectilignes. Il est émis tangentiellement à la trajectoire des particules. Ses caractéristiques dépendent notamment de l'énergie et du rayon de courbure de la trajectoire de la particule. L'ensemble des mesures est réalisé sur la ligne DW 22 (figure 2.5) du RS localisé au LURE (Laboratoire pour l'Utilisation du Rayonnement Electromagnétique).

Mode opératoire : L'échantillon à mesurer est positionné sur un goniomètre quatre cercles. Un faisceau monochromatique d'énergie de l'ordre de 12 keV, avec une résolution proche de 10^{-4} est utilisé. La détection est faite à l'aide d'un système analyseur-détecteur ponctuel. La résolution du montage est d'environ $0,01^\circ$ en 2θ sur une amplitude de 4° environ, avec une bonne statistique de comptage.

Méthode de détermination des densités de dislocations par analyses de profils de diffraction des rayons X

Pour les matériaux fortement déformés, la densité moyenne et l'arrangement des dislocations peuvent être obtenus précisément par analyse des profils de raies de diffraction des rayons X [Mughrabi 86], [Ungar 89]. Il a été montré récemment que l'analyse peut même être conduite sans connaissance préalable de la structure de dislocations existante

[Groma 98]. Il s'agit d'une technique *quantitative*, parfaitement adaptée à notre étude.

En considérant les vecteurs d'onde des faisceaux monochromatiques incident et diffusé k_0 et k (avec $k_0 = k = \frac{1}{\lambda}$, où λ représente la longueur d'onde), la théorie cinématique de la diffraction (ce qui revient à ne pas prendre en compte les interférences entre les ondes incidentes et diffusées et à considérer que l'onde diffusée dans une direction donnée est la somme des ondes diffusées par chaque atome) permet d'aboutir à une expression de la distribution de l'intensité diffusée [Castelnau 00a]:

$$I(\kappa) = \iint \exp[2\pi i n s] \exp[2\pi i (u(r) - u(r - n) \cdot \kappa)] dr^3 dn^3 \quad (2.10)$$

où $\kappa = k - k_0$, r est la position des atomes dans le matériau non-déformé, n est le vecteur reliant deux atomes dans la configuration avant déformation, u , le champ de déplacement (créé par exemple, par les dislocations), et $s = \kappa \cdot g$, avec g vecteur du réseau réciproque du matériau non-déformé pour le plan (hkl) considéré. L'analyse de Fourier des profils de diffraction dont l'élargissement est provoqué par une quantité de dislocations basée sur le modèle de Groma-Ungar-Wilkens permet d'aboutir aux densités de dislocations et rayons de coupure des structures de dislocations [Groma 88]. La structure des coefficients de Fourier est donnée par l'équation :

$$\ln |A(n)| = -\frac{\pi}{2} K^2 b^2 \langle \rho \rangle_g^* n^2 \ln \frac{R_e}{n} \quad (2.11)$$

où n est le paramètre de Fourier, K représente le module du vecteur de diffraction ($K = \frac{2 \sin \theta_B}{\lambda} = \frac{1}{d_{hkl}}$), b le module du vecteur de Burgers ($\frac{1}{2} < 110 >$ dans les métaux cfc), $\langle \rho \rangle_g^*$ est la densité moyenne de dislocations apparente dans un grain g , et enfin R_e est le rayon moyen de coupure de la structure des dislocations.

La densité réelle moyenne de dislocations $\langle \rho \rangle$ est reliée à la densité de dislocations apparente moyenne $\langle \rho \rangle_g^*$, en considérant le facteur de contraste C_{hkl} :

$$\langle \rho \rangle C_{hkl} = \langle \rho \rangle_g^* \quad (2.12)$$

C_{hkl} dépend du type de dislocation, du système de glissement et du vecteur de diffraction K .

A partir de l'équation 1.1 explicitée au paragraphe 1.1.5, il est possible d'aboutir à une valeur de l'énergie stockée pour une orientation cristallographique donnée par connaissance des valeurs de la densité moyenne et du rayon de coupure moyen des dislocations. Avec $\alpha = 0,1$ (cette valeur correspond à une population mixte de dislocations vis et coins), $\mu \simeq 48$ GPa dans le cas du cuivre [Noyan 87] et $b = 0,256$ nm, nous obtenons une expression simplifiée de l'énergie stockée (en J.mol⁻¹), fonction de la densité de dislocations et du rayon de coupure moyens :

$$E_g = 7,42.10^{-16} * \rho_g \ln R_e \quad (2.13)$$

2.2.4 Mesures des orientations locales dans le microscope électronique à balayage par EBSD (Electron Back Scattered Diffraction)

Préparation des échantillons de mesure

Les observations par microscopie électronique à balayage (MEB) et plus particulièrement les mesures d'orientations locales par technique d'EBSD demandent une préparation plus fine et plus soignée de la surface des matériaux d'étude. Une étape de polissage mécanique du papier de granulométrie 1200 au polissage à pâte diamantée (6, 3 et jusqu'à 1 μm) est suivie d'un électropolissage permettant d'enlever la couche écrouie par le polissage mécanique tout en préservant l'état de surface. La solution chimique utilisée pour le cuivre et ses alliages est constituée de 70 % d'acide phosphorique (H_3PO_4) et de 30 % d'eau. Les conditions de voltage et de temps (typiquement 23 volts pour une vingtaine de secondes) appliquées lors de l'électropolissage diffèrent (de manière peu significative) en fonction du matériau déformé, partiellement recristallisé ou recristallisé.

Principe de mesure

Dans le MEB, quand un faisceau d'énergie caractéristique interagit avec un matériau cristallin, les électrons se dispersent à la surface du matériau (la profondeur de pénétration des électrons étant de l'ordre du μm) et vont ensuite diffracter de manière définie (figure 2.6).

Les électrons du faisceau incident, produit et focalisé par le MEB, sont diffusés inélastiquement dans un large domaine angulaire lorsqu'ils pénètrent dans le matériau. La diffraction de tous les plans atomiques conduit à la formation d'un cliché de diffraction, appelé diagramme de Kikuchi (voir figure 2.7a), composé de bandes entrecroisées, représentatives des plans du réseau du matériau cristallin diffractant.

Les largeurs et les intensités de ces bandes sont directement reliées aux espaces inter-réticulaires et la symétrie du cristal (c'est-à-dire l'orientation cristalline) est déterminée à partir du diagramme de Kikuchi dans son ensemble. L'orientation est obtenue au travers de l'indexation du cliché de diffraction et de la localisation des bandes (figure 2.7b). Les angles entre les bandes sont calculés et comparés aux valeurs théoriques associées au matériau étudié. La résolution spatiale de cette technique varie en fonction de la tension d'accélération, du courant de sonde, et de la taille du spot du MEB utilisé.

Mode opératoire : les échantillons sont tiltés à un angle de 70° , permettant de limiter la fraction d'électrons absorbés. Le signal est capturé par un écran de phosphore (à l'intérieur même de la chambre du MEB), connecté à une caméra de faible brillance. Les diagrammes obtenus peuvent être visualisés sur un moniteur en temps réel après correction du bruit de fond. Un programme d'acquisition permet, après une digitalisation de l'image EBSD, une indexation automatique des diagrammes de Kikuchi. Les données suivantes sont calculées et enregistrées : l'orientation du point de mesure (angles d'Euler φ_1 , ϕ , φ_2), un indice de

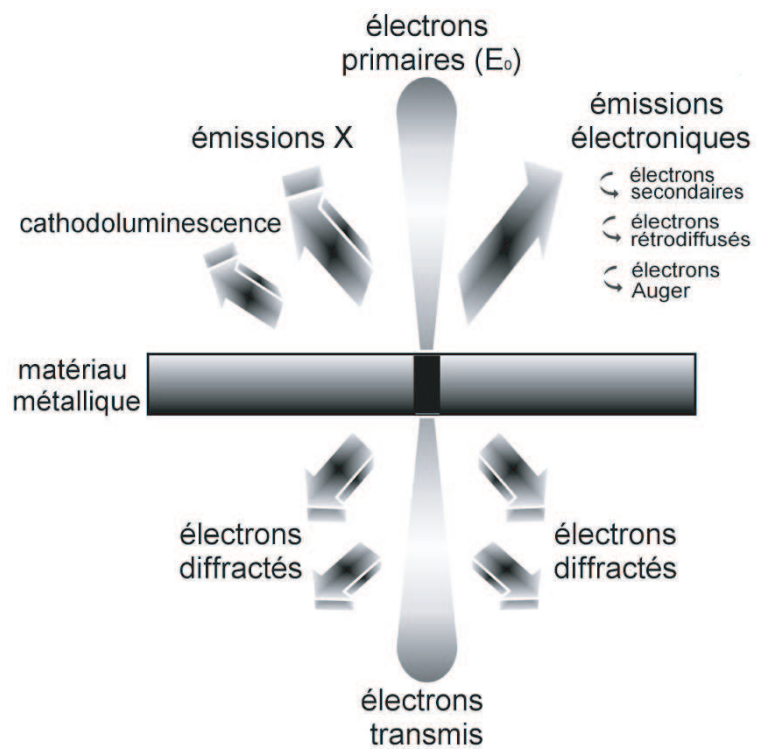


FIG. 2.6 – Schéma d'interaction électrons-matériau métallique.

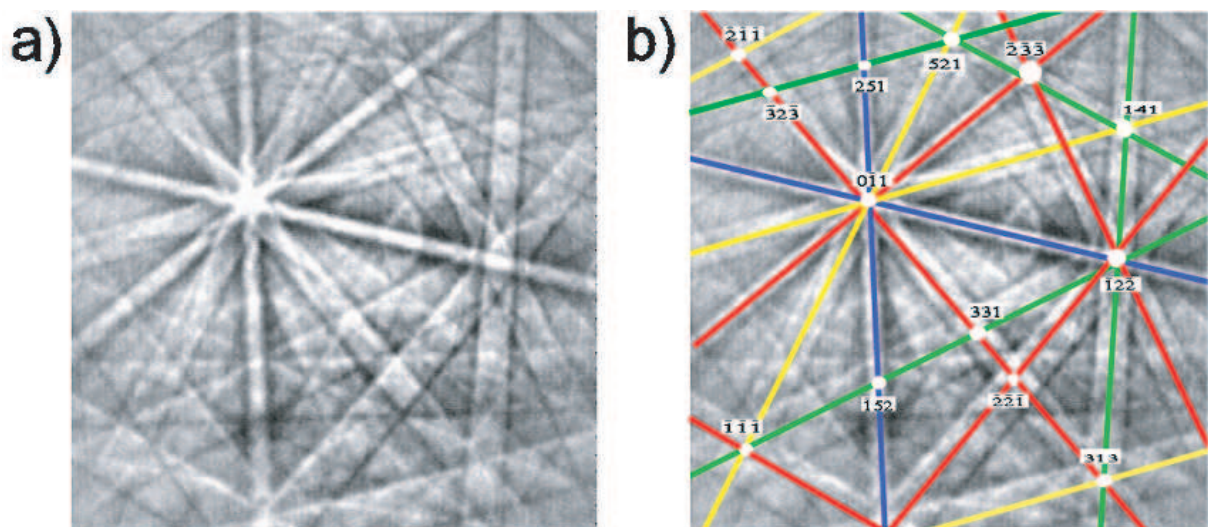


FIG. 2.7 – a) Diagramme de Kikuchi. b) Indexation du cliché.

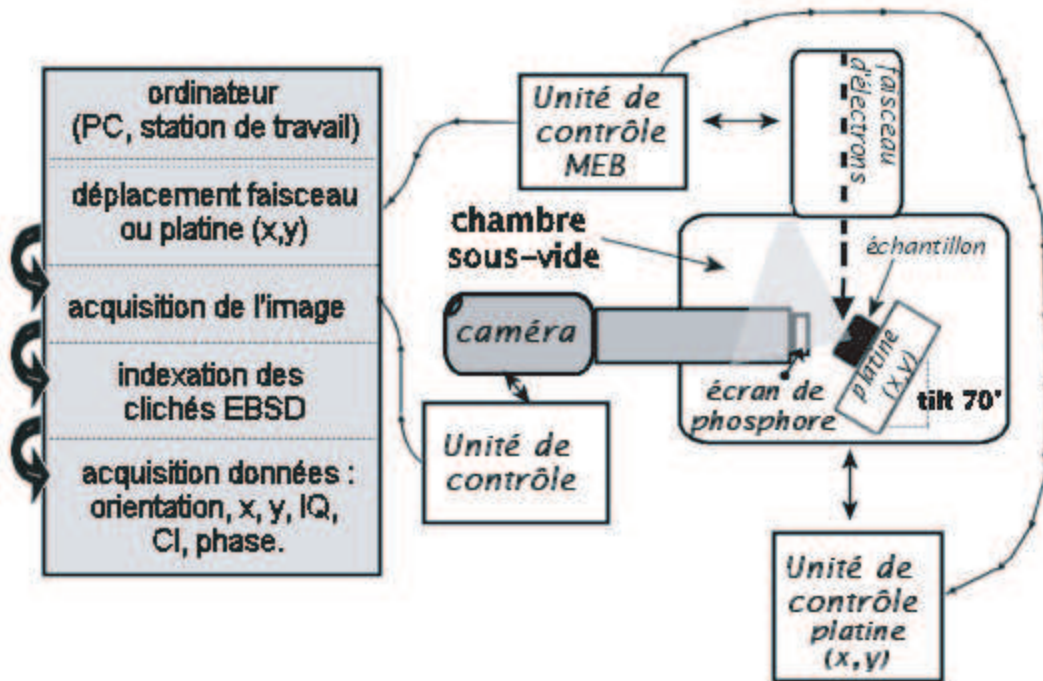


FIG. 2.8 – Représentation schématique de la technique d'EBSD.

qualité q relié à la finesse des diagrammes, les coordonnées x et y du point de mesure, l'indice de confiance (CI^1) représentant le degré de confiance pour lequel l'orientation calculée est correcte et la phase du matériau. La figure 2.8 schématise le type de montage utilisé pour ces mesures EBSD.

Les mesures locales d'orientations réalisées dans les plans de laminage (DL, DT) et transverse (DT, DN) de nos matériaux sont effectuées dans un MEB Cambridge S360, couplé au système EBSD piloté par le software OIM de la compagnie TSL. Un filament de tungstène assurant une résolution spatiale de $0,5 \times 1 \mu m^2$ a été utilisé pour l'ensemble des mesures EBSD.

Recuits *in-situ*

Les essais en température *in-situ* dans le MEB permettent de suivre l'évolution des orientations locales lors de recuits, grâce au couplage entre la technique d'EBSD (les mesures sont réalisées en début et fin d'expérience, avant et après recuit) et l'acquisition en continu (lors du recuit) d'images du matériau obtenus par contraste cristallographique par

1. Ce paramètre est calculé lors de l'indexation automatique des clichés de diffraction. Plusieurs orientations possibles pouvant être associées à un cliché donné, un système permet d'évaluer statistiquement quelles orientations sont les plus probables. CI (prenant des valeurs comprises entre 0 et 1) est donc défini selon : $CI = (P_1 - P_2)$, où P_1 et P_2 sont les probabilités relatives aux première et seconde orientations possibles.

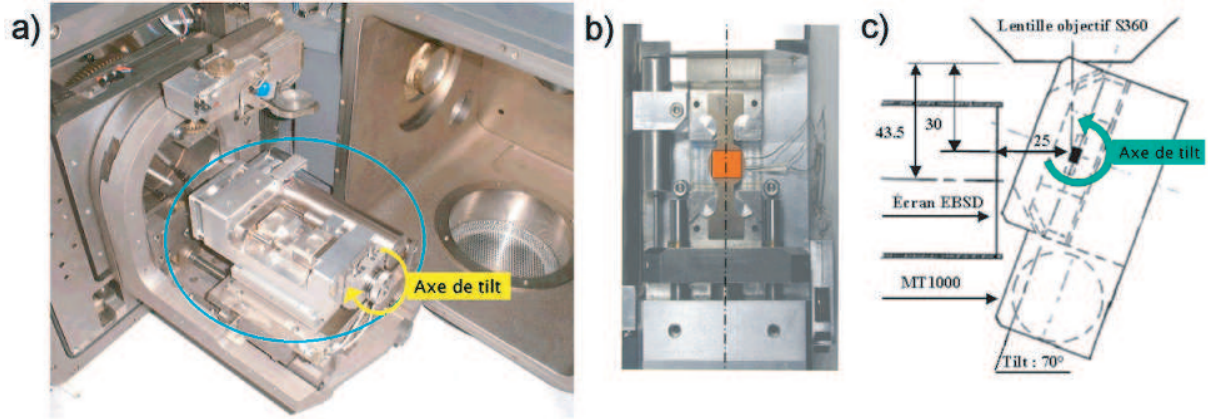


FIG. 2.9 – a) Montage dans le MEB du dispositif permettant le recuit *in-situ*. b) Vue du dessus de la machine d'essais *in-situ* en configuration "recuit". c) Vue schématique de la machine en position EBSD. [Chiron 95]

utilisation du logiciel DigitalMicrograph de la société Gatan. L'appareillage développé permet d'une manière plus générale d'effectuer des essais de traction et de compression à chaud [Chiron 01]. Dans notre cas d'étude, seuls des essais de recuits *in-situ* dans le MEB sur des matériaux préalablement laminés industriellement sont réalisés. La figure 2.9, présentant la machine conçue par Chiron *et al.* [Chiron 95], explicite essentiellement le dispositif dans sa configuration "recuit *in-situ*".

Détermination de la fraction recristallisée et des cinétiques de recuit

Parce que les deux méthodes présentées ont fait l'objet de publications [Tarasiuk 01], [Tarasiuk 02a], nous ne rappelons ici que brièvement les principes et hypothèses précédemment formulés.

1^{ière} méthode : détermination via l'indice de qualité

Distribution de l'indice de qualité. Soient les distributions $f(q)$, $g(q)$ et $h(q)$, associées respectivement à des états : déformé, partiellement recristallisé et recristallisé (figure 2.10).

La valeur minimale de la fraction recristallisée est calculée selon :

$$X_{\min} = \int_{q: g(q) > f(q)} [g(q) - f(q)] dq \quad (2.14)$$

De plus, à partir des distributions $g(q)$ et $h(q)$, la valeur de la fraction recristallisée maxi-

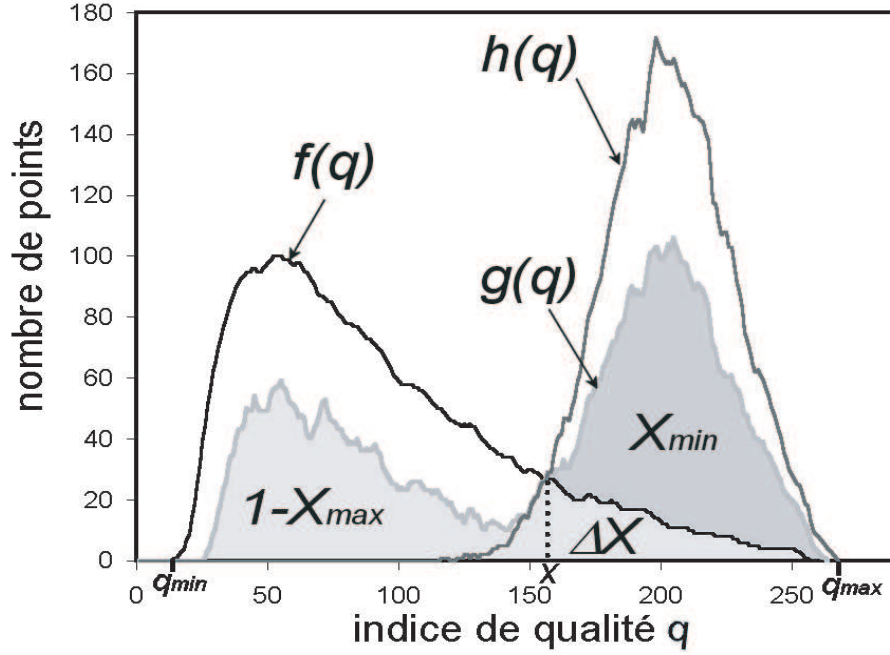


FIG. 2.10 – Distributions de l'indice q pour des états déformé $f(q)$, partiellement recristallisé $g(q)$ et recristallisé $h(q)$.

male est estimée par :

$$X_{\max} = 1 - \int_{q: g(q) > h(q)} [g(q) - h(q)] dq \quad (2.15)$$

A partir des équations 2.14 et 2.15, il est possible de déterminer une valeur de fraction recristallisée pour laquelle :

$$X_v \in (X_{\min}, X_{\max}) \quad (2.16)$$

la zone C représente l'erreur relative, en théorie constante pour une série d'états, avec :

$$\Delta X = X_{\max} - X_{\min} \approx \Delta X_c \quad (2.17)$$

où :

$$\Delta X_c = \int_{q_{\min}}^x h(q) \cdot dq + \int_x^{q_{\max}} f(q) \cdot dq \quad (2.18)$$

q_{\min} et q_{\max} représentent les valeurs minimale et maximale de l'indice q , et x désigne le point d'intersection entre les distributions $f(q)$ et $h(q)$.

La fraction recristallisée est donc en définitive estimée à partir de :

$$X = (X_{\min} + \Delta X \cdot X_{\min})^{+\Delta X \cdot (1 - X_{\min})}_{-\Delta X \cdot X_{\min}} \quad (2.19)$$

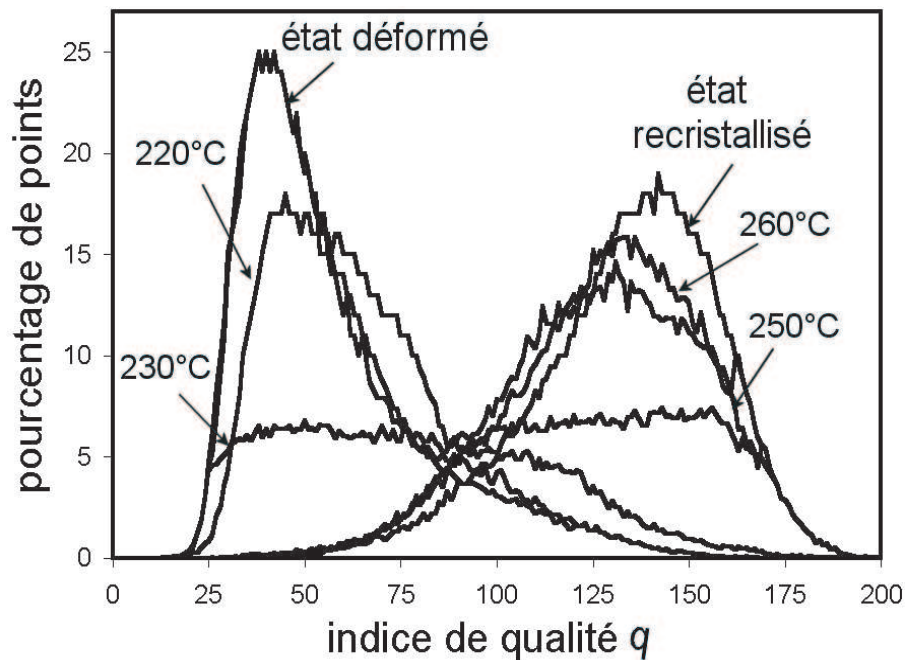


FIG. 2.11 – Distributions normalisées de l'indice q pour des états déformé ($LAF \Delta = 70\%$), partiellement recristallisés et recristallisé du cuivre électrolytique.

Remarques :

* Toutes les distributions présentées précédemment ont été produites de manière artificielle. Dans le cas de distributions issues de mesures expérimentales, la zone commune représentant l'erreur relative peut varier de façon significative en fonction des matériaux étudiés. Ceci peut avoir plusieurs origines. En particulier, lors de la déformation, certains grains, à cause de l'hétérogénéité qui résulte du processus de laminage, peuvent être moins déformés que le reste de la matrice, ce qui conduit à de relativement forts indices de qualité q pour ces grains. D'autre part, en fonction de la taille des grains constituant la microstructure et de la taille du spot EBSD, l'état recristallisé peut donner naissance à un certain nombre de points de bas indices q , si ces mesures sont réalisées proches des joints de grains. En d'autres termes, la taille de la zone est un facteur déterminant sur l'erreur maximale relative à la fraction recristallisée (ceci dépendant grandement de la limite de précision de l'appareillage EBSD).

* Une réappréciation de la méthode établie a été faite après application sur le cuivre de la procédure. Les distributions de q relatives à la série de matériaux cuivre $LAF \Delta = 70\%$ déformé, partiellement recristallisés (les recuits imposés aux matériaux sont effectués en faisant varier la température pour un temps constant de 15 minutes) et recristallisé sont représentées figure 2.11.

Les profils considérés ne se croisant pas au même point, des variations importantes des

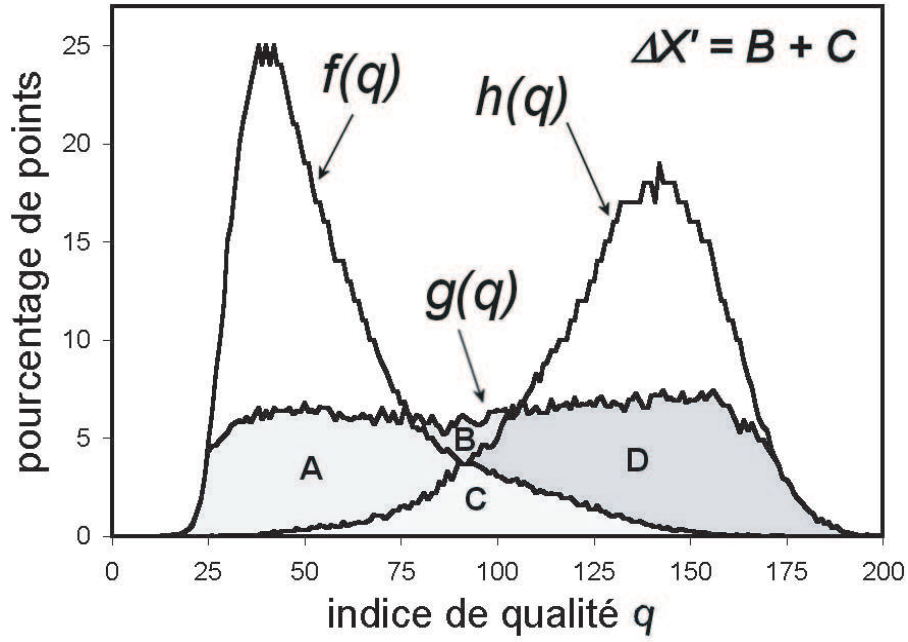


FIG. 2.12 – Distributions normalisées de l'indice q pour des états déformé $f(q)$, partiellement recristallisé $g(q)$ ($300\text{ }^{\circ}\text{C}$) et recristallisé $h(q)$.

erreurs relatives sont obtenues. En considérant la figure 2.12, une nouvelle zone doit ainsi être prise en compte et intégrée dans l'ensemble des équations précédentes.

Cela conduit à reconsidérer les équations 2.17 et 2.19:

$$X_{\min} = B + D \quad (2.20)$$

$$X_{\max} = C + D = 1 - A - B \quad (2.21)$$

et :

$$\Delta X = C - B \quad (2.22)$$

ΔX est constant dans le cas où B est nul.

Soient les nouvelles expressions :

$$X'_{\min} = D \quad (2.23)$$

$$X'_{\max} = B + C + D = 1 - A \quad (2.24)$$

soit :

$$\Delta X' = B + C \quad (2.25)$$

avec :

$$B = \int_{q_{\min}}^x [g(q) - f(q)] dq + \int_x^{q_{\max}} [g(q) - f(q)] dq \quad (2.26)$$

$q: g(q) > f(q)$ $q: g(q) > f(q)$

$$C = \int_{q_{\min}}^x h(q).dq + \int_x^{q_{\max}} f(q).dq \quad (2.27)$$

$$D = \int_{q:g(q)>f(q)} [g(q) - f(q)] dq \quad (2.28)$$

Valeur moyenne intragranulaire de q . Si les distributions de q pour différents états recuits peuvent être aisément différenciés, et en particulier, les états déformés et recristallisés, le calcul de l'indice de qualité moyen à l'intérieur même d'un grain nous permet d'obtenir des informations complémentaires. En effet, il est possible de séparer à partir des cartographies EBSD les grains recristallisés (fort indice moyen) et la matrice déformée (faible indice moyen) [Gerber c]. La cartographie basée sur des valeurs de q moyens intragranulaires (figure 2.13) montre que, qualitativement, cette séparation entre grains déformés (plus foncés) et grains recristallisés (plus clairs) se fait aisément.

Précisément dans ce cas, les joints de grains ne représentent plus un inconvénient majeur, puisqu'ils ne sont plus pris en compte dans la détermination de la fraction recristallisée. Les distributions, pour les états déformé, partiellement recristallisé, et recristallisé du matériau cuivre LAF $\Delta = 70$ % ainsi obtenus, sont représentées figure 2.14.

La zone B est ainsi minimisée par ce processus de traitement. L'erreur pour chaque valeur de la fraction recristallisée est moindre par comparaison avec la méthode décrite au paragraphe précédent.

2^{ième} méthode : estimation de X_v par considération de la désorientation locale

Cette méthode permet une détermination plus rapide de la fraction recristallisée, prenant en compte une valeur imposée de la désorientation locale (par locale, nous entendons entre proches voisins d'ordre 1 essentiellement). Elle est fondée sur le fait que des grains déformés ont des désorientations locales (ou désorientations intragranulaires) plus importantes que des grains recristallisés du même matériau. Cependant, de même que pour la méthode décrite précédemment, les précisions sont reliées aux limites de résolution de l'appareillage utilisé. Sont présentées, figures 2.15a à d, les cartographies issues de mesures EBSD sur deux états (déformé et recristallisé).

Le code couleur utilisé sur les cartographies de droite est fonction de la désorientation locale imposée. Dans le cas d'une désorientation inférieure ou égale à 1° , le matériau déformé présente un faible nombre de voisins de même orientation. Le matériau recristallisé est quant à lui aisément identifié. Cependant, un nombre conséquent de joints de grains peut conduire à réduire la précision de la méthode utilisée. La fraction recristallisée est atteinte en considérant le nombre de voisins de chacun des points dans l'intervalle angulaire considéré (ce paramètre dépend du type de matériau étudié). Soit :

$$X_v = \frac{n - N_D}{N_R - N_D} \quad (2.29)$$

avec :

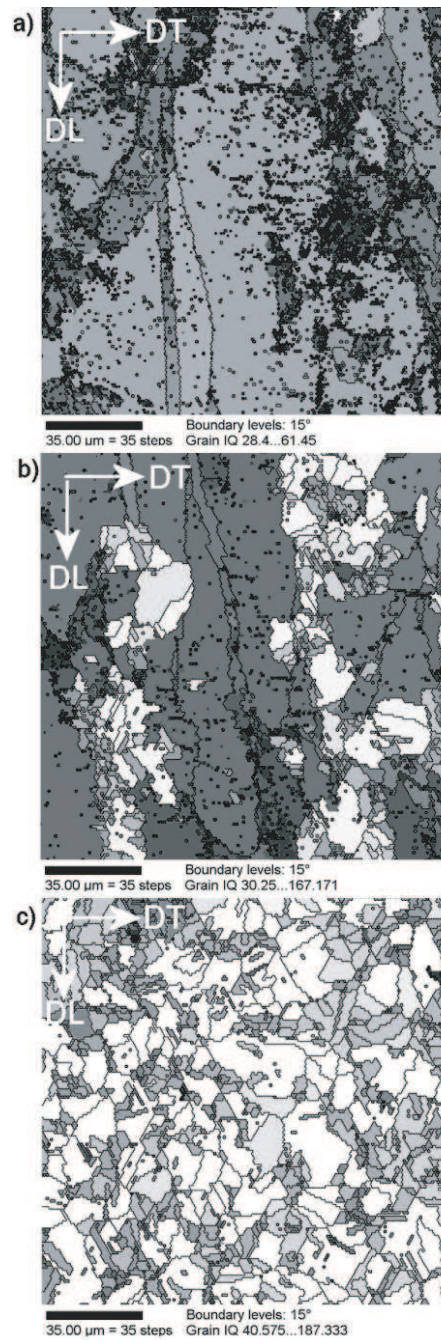


FIG. 2.13 – Cartographies EBSD (cuivre LAF $\Delta = 70 \%$) de l'indice q moyen par grain. a) Etat déformé. b) Etat partiellement recristallisé ($220^\circ\text{C} / 15 \text{ min}$). c) Etat recristallisé ($400^\circ\text{C} / 15 \text{ min}$).

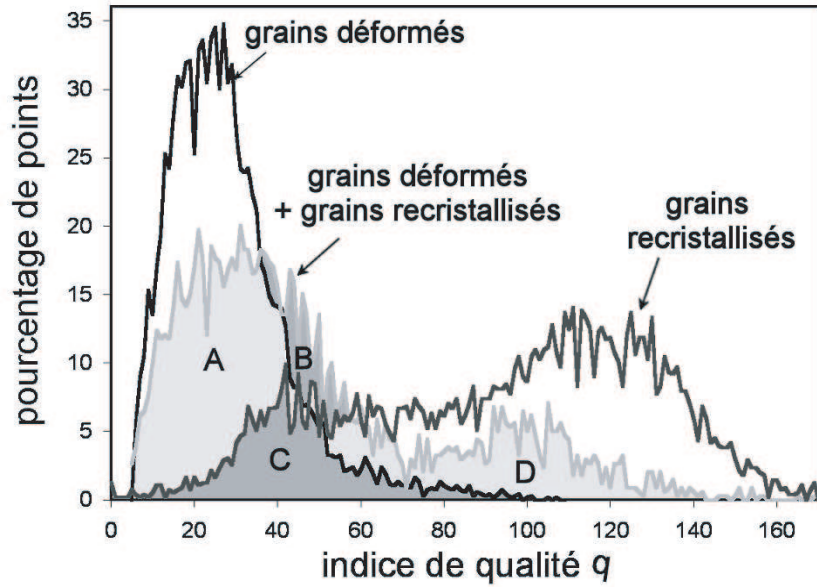


FIG. 2.14 – Distributions normalisées de l'indice q moyen par grain pour des états déformé $f(q)$, partiellement recristallisé $g(q)$ (220°C) et recristallisé $h(q)$. Cas du matériau Cu LAF $\Delta = 70\%$.

n = nombre de points "partiellement recristallisés",
 N_R = nombre de points "recristallisés",
 N_D = nombre de points "déformés".

Cette méthode a été testée sur l'ensemble des matériaux cuivre et alliages. La figure 2.16 montre le pourcentage de points pour lesquels entre proches voisins la tolérance angulaire imposée n'est pas respectée. Différentes valeurs de la fraction recristallisée, calculées selon la relation 2.29, sont obtenues pour un même état en fonction de la tolérance angulaire imposée (cas du matériau CuZn15, après LAF $\Delta = 80\%$ et recuit; de $X_v = 0,40$ pour 1° à $X_v = 0,66$ pour 5° de tolérance angulaire). Le choix de la tolérance angulaire se fait donc en fonction du type de matériau étudié, après toute une série de tests, permettant de déterminer quelle valeur de tolérance angulaire correspond aux plus faibles erreurs relatives. Contrairement aux méthodes précédentes, les valeurs de la fraction recristallisée sont fonctions d'un paramètre choisi par l'utilisateur, pour lequel les résultats peuvent varier de façon non-négligeable.

Quantification des évolutions microtexturales à partir de données EBSD

Après acquisition d'un nombre conséquent de points de mesures nécessaires pour une représentation statistique d'un état donné, un traitement "global" des données peut être effectué conduisant à une caractérisation complète et quantitative.

* Des FDO sont calculées à partir des mesures locales par la méthode de superposition de

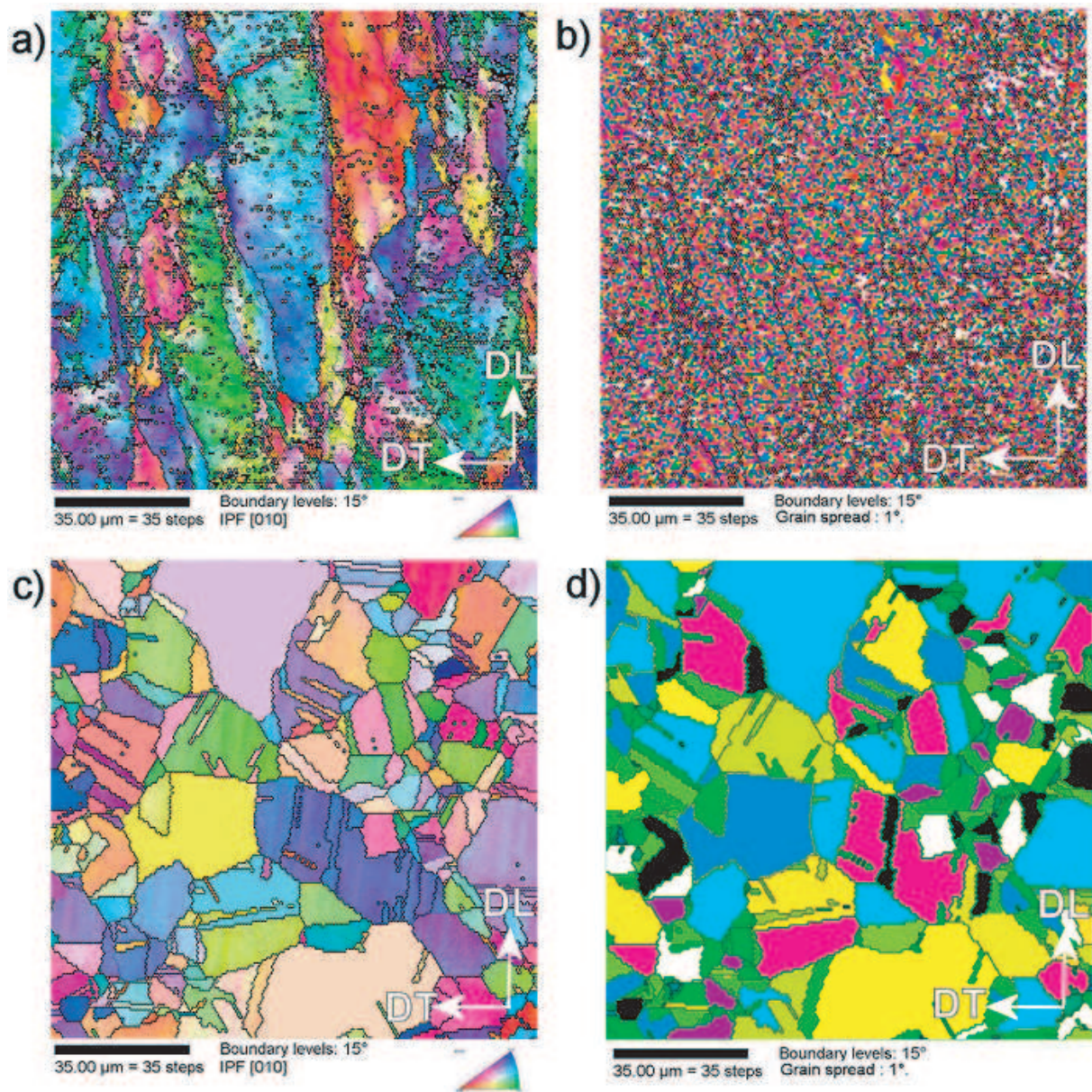


FIG. 2.15 – a), c) Cartographies d'orientation $[010]$ du cuivre LAF $\Delta = 70\%$. a) Etat déformé. c) Etat recrystallisé. b), d) Cartographies après application du paramètre de désorientation locale imposée (1°).

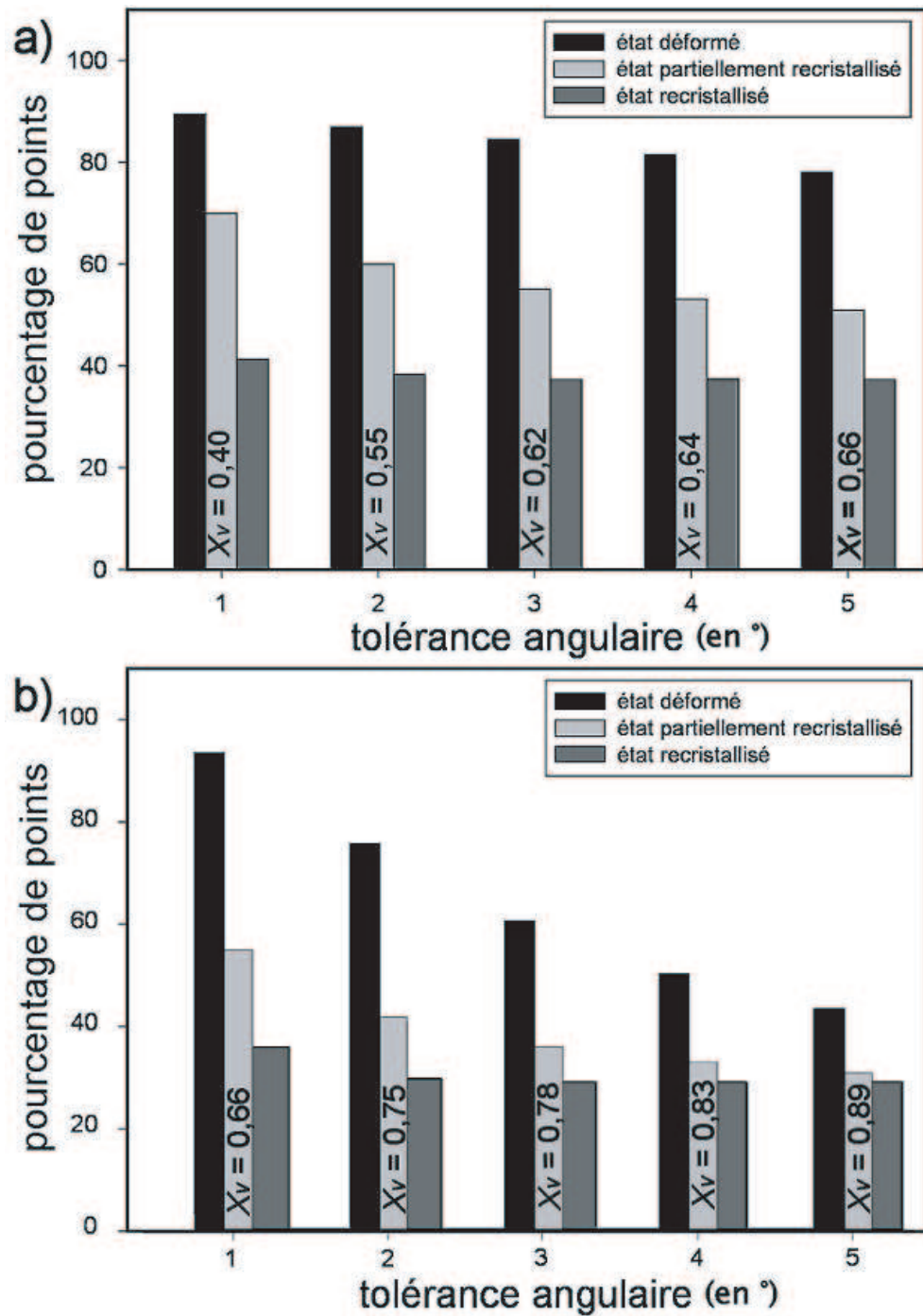


FIG. 2.16 – Distributions normalisées du nombre de voisins associés à une valeur supérieure ou égale à la tolérance angulaire imposée pour les états déformé, partiellement recristallisé et recristallisé. a) Cas du laiton CuZn15 LAF $\Delta = 80$ %. b) Cas du cuivre LAF $\Delta = 70$ %.

pics gaussiens. Ces FDO sont ensuite comparées à celles calculées à partir de mesures par diffraction X, comparaison permettant la validation d'une statistique satisfaisante de nos mesures locales.

* Pour un matériau à un état donné - déformé, partiellement recristallisé ou recristallisé -, une quantification consiste à évaluer la fraction volumique (qui est en réalité le rapport de points associées à ces orientations idéales sur le nombre total de points indexés) de matériau associé à un ensemble donné d'orientations (pouvant être définies à partir des maxima des FDO calculées à partir des mesures des orientations locales). Dans notre cas, nous considérons qu'une orientation *idéale* donnée est définie dans l'espace d'Euler au sein d'un volume défini par une tolérance angulaire maximum de $w_0 = 15^\circ$.

* L'indice de qualité q , utilisé pour déterminer la fraction recristallisée (cf. paragraphe 2.2.4), permet d'estimer l'état d'écrouissage, c'est-à-dire la densité de dislocations relative à un point de mesure donné, ou par considération de la valeur de q moyen intragranulaire, la densité de dislocations relative à un grain. Rappelons que plus cet indice est faible, plus la valeur de la densité de dislocations est importante. Une représentation de cet indice q pour un état déformé permet de rendre compte de l'évolution des valeurs moyennes de l'indice q en fonction de la désorientation par rapport aux orientations idéales, en calculant les variations de q en fonction de la tolérance angulaire pour chacune des orientations idéales représentatives de la texture de déformation. Une *fonction de distribution de l'indice q* (FDQ) dans l'espace des angles d'Euler peut également être calculée, et permet d'associer à l'ensemble continu des orientations (nous ne sommes dans ce cas plus limités à quelques orientations idéales, tout l'espace des orientations étant retenu dans cette approche) des valeurs moyennées de l'indice de qualité [Gerber 01b].

* En terme de *désorientation intragranulaire*, deux approches sont utilisées, toutes deux basées sur l'expression de la désorientation $\Delta g = g'.g^{-1}$, pour laquelle $g(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ et $g'(\varphi'_1, \phi', \varphi'_2)$ représentent les orientations associées à deux points de mesures EBSD. A l'échelle du grain, peuvent être considérées la désorientation moyenne calculée pour l'ensemble des points appartenant à un grain donné (ce qui permet par exemple de quantifier l'écart maximum dans l'espace des angles d'Euler par rapport à une orientation idéale considérée) et la désorientation moyenne intragranulaire entre points voisins, le nombre de voisins pris en compte étant un paramètre défini par l'utilisateur.

2.2.5 Etude par microscopie électronique en transmission

Préparation des échantillons de mesures

Les échantillons, sous formes de lames, sont découpés par électroérosion. Ils sont ensuite polis mécaniquement jusqu'à une épaisseur de $100\mu\text{m}$, puis amincis dans une solution électrolytique composée de 25 % d'acide nitrique et 75 % de méthanol (les conditions d'électropolissage étant les suivantes : 7 volts de tension et température contrôlée de -23°C).

Principe de mesure

Outre l'échelle d'investigation qui diffère de la microscopie électronique à balayage, la complémentarité entre les deux techniques provient de la possibilité d'obtention simultanée de deux informations fournies par les propriétés du MET. Ce sont :

- * dans un *plan focal*, le diagramme de diffraction des électrons par le matériau mono ou polycristallin, caractéristique de la relation d'orientation entre le faisceau d'électrons et l'échantillon cristallin.
- * dans le *plan image*, la carte de probabilité de passage des électrons au niveau de la surface de la sortie de l'échantillon (les contrastes ou variations d'intensité sont directement associés à des imperfections de l'échantillon).

L'association des deux informations ainsi obtenues constitue la base de la méthode MET. Le passage du mode *image* au mode *diffraction* se fait en prenant pour plan objet du système de grandissement l'une ou l'autre image.

Mode opératoire : Les mesures, réalisées à partir d'un MET Philips EM 300 (100 kV), sont effectuées dans les plans transverses (DL, DN) et de laminage (DL, DT) de nos matériaux. La lame mince après préparation est en premier lieu explorée par MEB/EBSD. Les grains, pour lesquels une étude plus fine est nécessaire, sont étudiés plus en détail par MET. La corrélation entre les deux échelles trouve son intérêt ici, facilitée par l'acquisition rapide de points de mesures par EBSD [Richard 02]. Cependant, la limite de résolution de l'appareillage MEB est atteinte, ne permettant pas une comparaison intrinsèque des informations fournies par les deux techniques de microscopie.

Chapitre 3

Résultats

Après présentation des traitements thermomécaniques appliqués et une évaluation des cinétiques de recuits selon les différentes méthodes explicitées, permettant la distinction entre les états recuits, une étude des textures globales, des orientations locales par EBSD et microstructures (étude par MET) des états déformés (LAC et LAF), ainsi que leur évolution au cours de la recristallisation est explicitée. Une présentation des résultats de mesures d'énergie stockée par analyse des profils de diffraction X sur certains des états déformés du cuivre vient clore cette approche expérimentale. Notons que les textures LAC, si nous nous référons aux traitements thermomécaniques imposés, représentent les textures initiales avant tout traitement par LAF. En aucun cas, nous ne proposons une caractérisation complète de l'étape de déformation à chaud, le but n'étant pas de tenter de comprendre les mécanismes régissant ce type de processus. Parce que les étapes de déformation à froid font l'objet d'un intérêt particulier dans une approche concernant les mécanismes de recristallisation (comme nous l'avons vu précédemment, cf. paragraphe 1.1), une caractérisation complète est effectuée aux différentes échelles d'investigations. En effet, l'état déformé, de par ses caractéristiques intrinsèques principales que sont ses texture, microstructure et énergie stockée, conditionne les états finaux obtenus après recristallisation. Pour les matériaux les plus représentatifs, c'est-à-dire correspondant à des évolutions particulières de la texture au cours de la recristallisation, les étapes de germination et de croissance des grains au cours de la recristallisation sont étudiées précisément. L'étude est principalement axée sur le cuivre électrolytique, pour lequel l'absence de maclage de déformation permet une approche complète des états de déformation. Cependant, quelques résultats concernant les laitons- α sont présentés (textures globales par diffraction X, mesures des orientations locales par EBSD).

3.1 Traitements thermomécaniques

3.1.1 Cuivre électrolytique

Dans les cas des matériaux cuivre électrolytique étudiés, les taux de réduction de laminage à température ambiante (LAF suivant le LAC) sont de $\Delta = 70; 83; 90$ et 98% , ce qui équivaut respectivement à des taux de déformation de $\varepsilon = 1,15; 1,87; 2,25$ et $3,93$. Notons que tous ces laminages à froid sont réalisés industriellement à l'exception du deuxième indiqué ($\Delta = 83 \%$ de réduction) pour lequel un laminage additionnel en laboratoire à partir du matériau à l'état déformé $\Delta = 70 \%$ a été conduit.

Pour le taux de LAF $\Delta = 90 \%$, deux méthodes différentes sont appliquées. La première consiste à faire subir directement après LAC un LAF réduisant l'épaisseur de la tôle équivalent à un taux de réduction de $\Delta = 90 \%$ (méthode "classique", M_C). La deuxième (méthode "secondaire", M_S) repose sur l'application de plusieurs étapes successives permettant de diminuer de manière conséquente l'épaisseur finale du matériau en fin de traitement, épaisseur qu'il serait impossible d'obtenir en une seule passe par LAF. Après un LAC, le matériau est laminé à température ambiante pour un taux de réduction de $\Delta = 70 \%$. Après un recuit permettant d'augmenter la ductilité du matériau, un deuxième LAF est effectué pour un taux de réduction de $\Delta = 90 \%$ (figure 3.1).

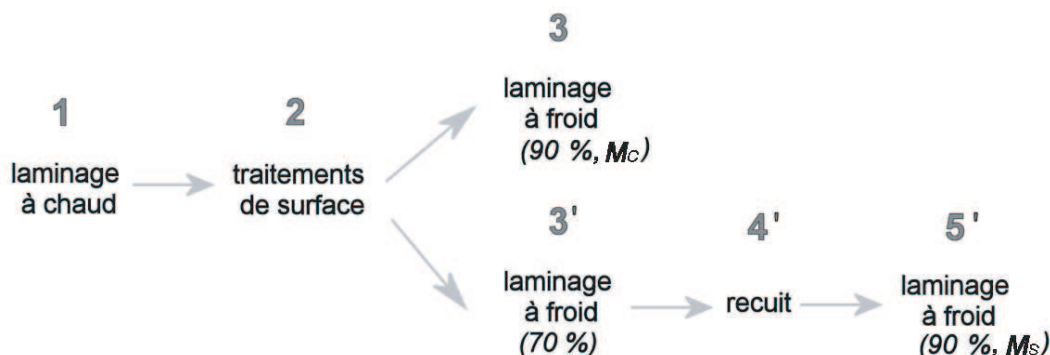


FIG. 3.1 – Traitements thermomécaniques appliqués. 1,2,3 : méthode classique. 1,2,3',4',5' : méthode multi-passes.

3.1.2 Laitons- α

Seuls les matériaux ayant subi un LAF industriel (après LAC) à un taux de réduction $\Delta = 80 \%$ ($\varepsilon = 1,50$) pour les deux compositions CuZn15 et CuZn33 ont été caractérisés. La comparaison entre le cuivre électrolytique et les laitons- α se fait donc essentiellement à partir des mesures sur le matériau Cu, LAF au taux de réduction de $\Delta = 83 \%$ ($\varepsilon = 1,87$).

Remarque : plusieurs tests de recuits en temps et température ont été réalisés au cours de l'étude. Un temps constant de 15 minutes permettant l'homogénéisation thermique du

matériau quelle que soit la température imposée, connaissant les conductivités thermiques du cuivre et des alliages laitons- α , est appliqué. L'obtention de matériaux pour différents états partiellement recristallisés et recristallisés est réalisée au travers de recuits par variation de la température (la gamme de température accessible selon les techniques employées variant de 50 à 550°C).

3.2 Détermination des températures de recristallisation

Les évolutions de la fraction recristallisée avec la température de recuit obtenues après mesures de la microdureté sur l'ensemble des matériaux étudiés sont représentées à la figure 3.2. Les erreurs relatives à ces mesures sont particulièrement importantes (pouvant en effet atteindre jusqu'à 17 % dans le cas du matériau CuZn15). Ceci renforce la nécessité de développer des méthodes parallèles permettant la détermination de la fraction recristallisée. Les cinétiques explicitées laissent paraître un retard à la recristallisation pour les matériaux laitons- α , pour lesquels le processus semble commencer aux alentours de 250°C pour les deux compositions (la fraction recristallisée étant maximale pour une température comprise entre 500 et 550°C). Dans le cas du cuivre, en fonction du traitement mécanique imposé, la température de recristallisation (définie comme étant la température pour laquelle la fraction recristallisée vaut $X_v = 0,5$) varie de 120°C (pour $\Delta = 98$ %) à 230°C (pour $\Delta = 70$ %). Dans le premier cas, l'essentiel du processus de recristallisation se déroule entre 50 et 150°C, et entre 200 et 300°C dans le cas du second. Nous pouvons également observer une montée plus progressive de la fraction recristallisée dans le cas du matériau LAF $\Delta = 98$ %. Ceci peut être dû à une restauration plus accrue, ainsi mise en évidence au tout début de la recristallisation.

Nous présentons pour comparaison les cinétiques de recristallisation obtenues dans le cas du cuivre électrolytique LAF $\Delta = 70$ % (figure 3.3), selon les méthodes décrites au paragraphe 2.2.4. Dans le cas de ce matériau, contrairement aux calculs effectués après mesures de la microdureté, toutes prédisent le début de la recristallisation pour une température de 200°C. Les mesures de microdureté sur-estiment le début de la recristallisation, dû à un effet global propre à cette technique. Les méthodes basées sur les distributions de l'indice de qualité q sont associées à des erreurs importantes, comparables à celles relatives à la technique de microdureté, et ne représentent donc pas une alternative envisageable (due essentiellement à la limite de précision de l'appareillage MEB). Les résultats les plus convaincants sont ceux obtenus par considération de l'indice de qualité moyen par grain et de la désorientation locale avoisinante, pour lesquels les erreurs relatives n'excèdent pas 8 %. Dans la suite de ce manuscrit, les valeurs de la fraction recristallisée pour l'ensemble des matériaux étudiés sont fournies essentiellement par les deux dernières méthodes citées.

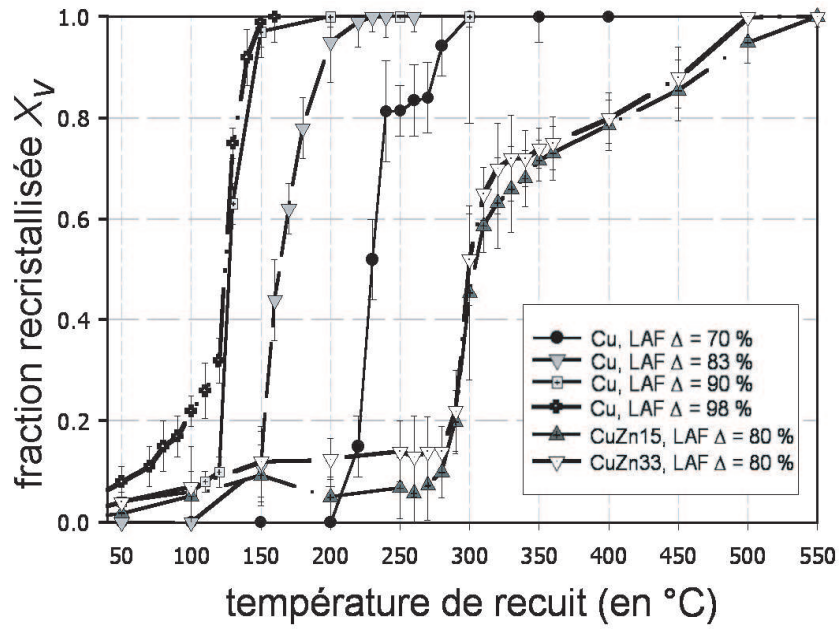


FIG. 3.2 – Evolutions de la fraction recristallisée X_v en fonction de la température de recuit pour l'ensemble des matériaux cuivre et laitons- α étudiés.

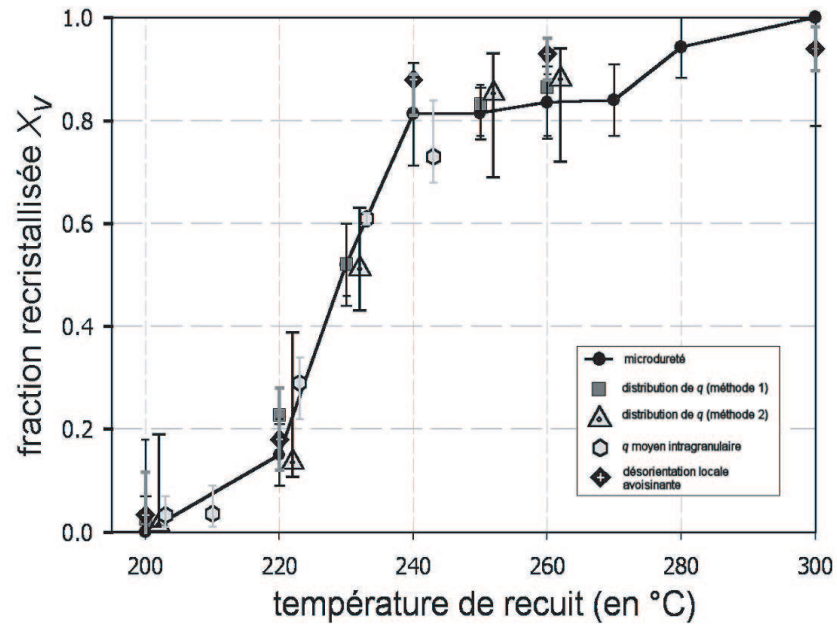


FIG. 3.3 – Evolutions de la fraction recristallisée X_v déterminée par différentes méthodes en fonction de la température de recuit, dans le cas du cuivre LAF $\Delta = 70\%$.

3.3 Mesures des textures globales par diffraction des rayons X

3.3.1 Cuivre électrolytique

Etat laminé à chaud

Après étape de LAC, le matériau cuivre présente une texture cristallographique marquée de type fibre- β , constituée majoritairement par les orientations Bs, S et C (figure 3.4).

Les orientations G et Cube sont présentes, mais de plus faible poids et relativement dispersées comme le montrent les résultats de la quantification de cette texture par décomposition en FG (DFG) réalisée selon la méthode décrite précédemment. En effet, l'orientation Cube est associée à l'état LAC à une FG de largeur à mi-hauteur de l'ordre de 38° (soit, selon l'équation 2.9 une dispersion dans l'espace des angles d'Euler de l'ordre de 23°). Des valeurs n'excédant pas 20° pour les largeurs à mi-hauteur des FG associées aux orientations Bs, S et C montrent que la texture est relativement bien définie autour de ces trois composantes idéales de déformation (tableau 3.1).

Etats laminés à froid

Dans le cas du cuivre électrolytique, un laminage à froid pour de forts taux de réduction produit la formation d'une texture cristallographique marquée de type fibre- β , avec présence des composantes G et Cube de poids et dispersions variables autour des positions idéales dans l'espace des angles d'Euler, en fonction du taux de réduction imposé. Les sections à φ_2 constante ($0, 45$ et 65°) des FDO pour chacun des états déformés permettent de rendre compte de l'évolution de la texture avec la déformation (figure 3.5).

Alors qu'une texture marquée de type fibre β est obtenue après déformation à $\Delta = 70\%$ et $\Delta = 83\%$, une "perte" de la texture de cette fibre au profit d'une texture plus marquée autour des positions idéales est clairement visible à partir de $\Delta = 90\%$ de déformation¹. L'orientation Cube est présente aux taux de déformation de $\Delta = 70\%$ et $\Delta = 83\%$, tandis que pour des taux supérieurs, des maxima sont observés aux positions quelques peu désorientées (de l'ordre de 20°) par rapport à la position idéale Cube. Plus quantitativement, les figures 3.6a et b montrent que l'augmentation du taux de réduction se traduit par une augmentation des fractions volumiques de matériau proche des orientations Bs, S et C, avec un maximum pour S aux taux de $\Delta = 90\%$ et $\Delta = 98\%$. L'intensité de la FDO liée à l'orientation G quant à elle diminue de manière relativement importante pour atteindre une valeur quasi-nulle au taux de réduction de $\Delta = 98\%$.

Dans le cas du cuivre électrolytique LAF, nous considérons que cinq composantes (Bs,

1. De même que pour les cinétiques explicitées précédemment, les textures globales des matériaux issus des deux méthodes de déformation conduisant à un LAF de $\Delta = 90\%$ produisent des textures globales mesurées par diffraction X identiques. Dans ce paragraphe, on assimile donc la description "LAF $\Delta = 90\%$ " aux deux types de matériaux étudiés.

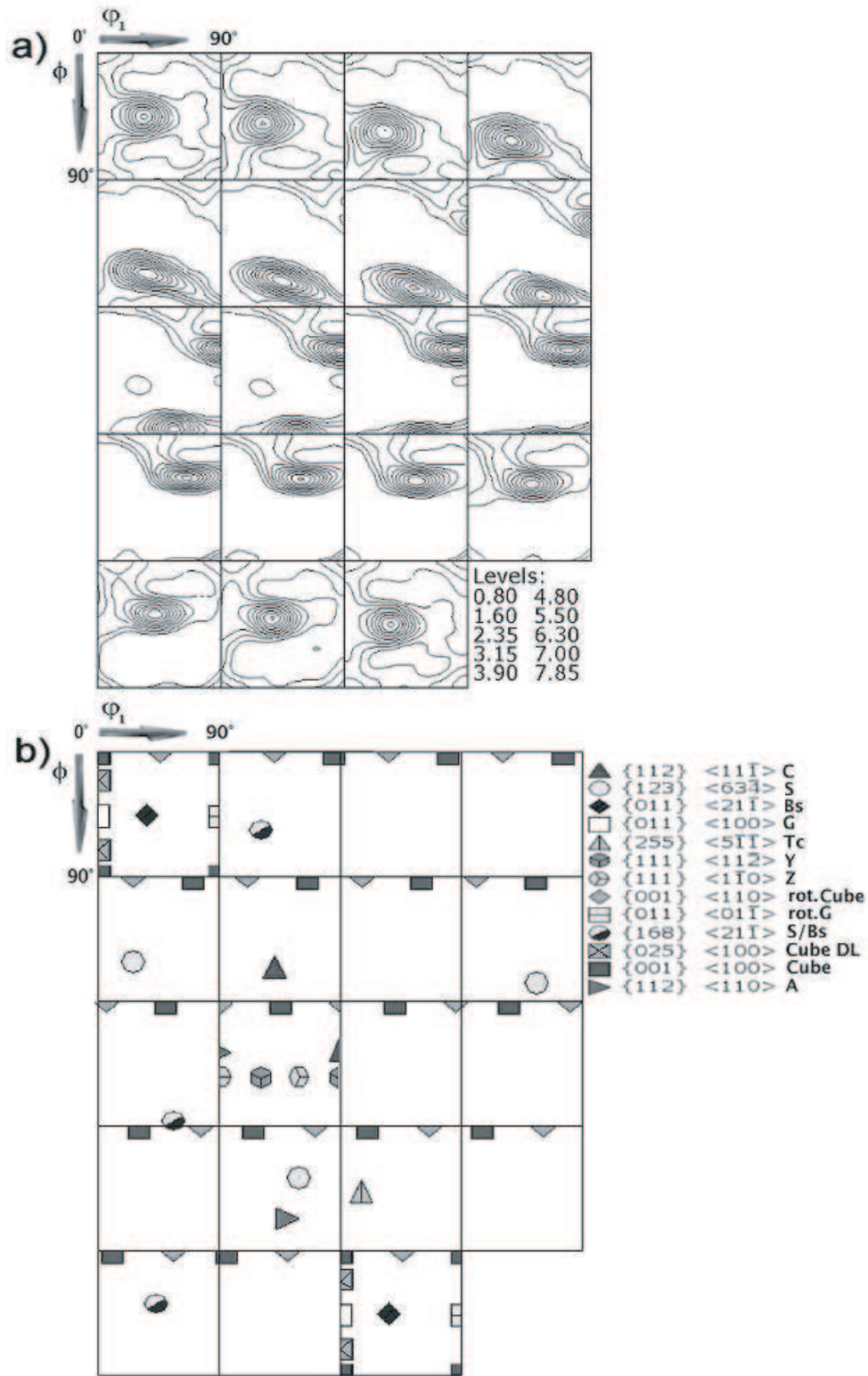


FIG. 3.4 – a) FDO état LAC cuivre électrolytique. b) Orientations idéales.

Orientations idéales	Intensité f(g)	Largeur à mi-hauteur (b ₀ , en °)		Fraction volumique (X _v)
		dispersion (w ₀ , en °)		
B _s	8,0	17	10	0,16
S	7,3	18	11	0,33
C	6,6	18	11	0,15
G	3,1	23	14	0,07
Cube	2,9	38	23	0,28

TAB. 3.1: Résultats de la DFG de la FDO de l'état LAC cuivre.

S, C, G et Cube) sont suffisantes pour représenter l'ensemble de la texture. Des tests ont en effet été réalisés pour un nombre plus important - jusqu'à sept orientations introduites - ou moins élevé de composantes; dans le cas du cuivre LAF, la meilleure description s'obtient en assimilant la texture cristallographique aux cinq orientations principales. La méthode de décomposition des FDO en FG associées à ces cinq orientations idéales peut donc être appliquée ([Gerber 02], [Gerber b]). Elle permet dans ce cas précis de suivre les valeurs de dispersion autour des orientation idéales considérées, ainsi que les valeurs de fractions volumiques de matériau reliées à ces orientations, en fonction du taux de déformation (figures 3.7a, b et c).

L'évolution des largeurs à mi-hauteur des FG avec le taux de déformation permet la distinction de deux groupes: un premier relié aux composantes de déformation Bs, S et C, qui voient leur dispersion diminuer avec le taux de réduction imposé (par exemple, dans le cas de l'orientation Bs, la largeur à mi-hauteur associée passe de 20° pour $\Delta = 70$ % de déformation à 16° pour $\Delta = 98$ % de déformation). Dans le deuxième groupe sont incluses les orientations G et Cube, pour lesquelles les largeurs à mi-hauteur atteignent des valeurs supérieures à 20° (en particulier pour l'orientation Cube, une valeur élevée de l'ordre de 36° pour $\Delta = 70$ % de déformation). La composante G voit sa dispersion augmenter pour atteindre un maximum à $\Delta = 90$ % de déformation (26° de largeur à mi-hauteur). La largeur à mi-hauteur reliée à l'orientation Cube quant à elle passe d'une valeur de 36° ($\Delta = 70$ % de réduction) à 27° ($\Delta = 98$ % de réduction). Les évolutions des fractions volumiques prenant en compte ces dispersions autour des cinq composantes idéales montrent donc que la texture de déformation est renforcée avec augmentation des fractions volumiques rattachées aux orientations Bs, S et C (de l'ordre de $V_x=0,3$ pour S et C, et $V_x=0,25$ pour Bs).

Les dispersions pour ce triplet d'orientation diminuant avec la déformation, la texture a tendance à se définir autour de ces trois positions d'orientation Bs, S et C. La fraction

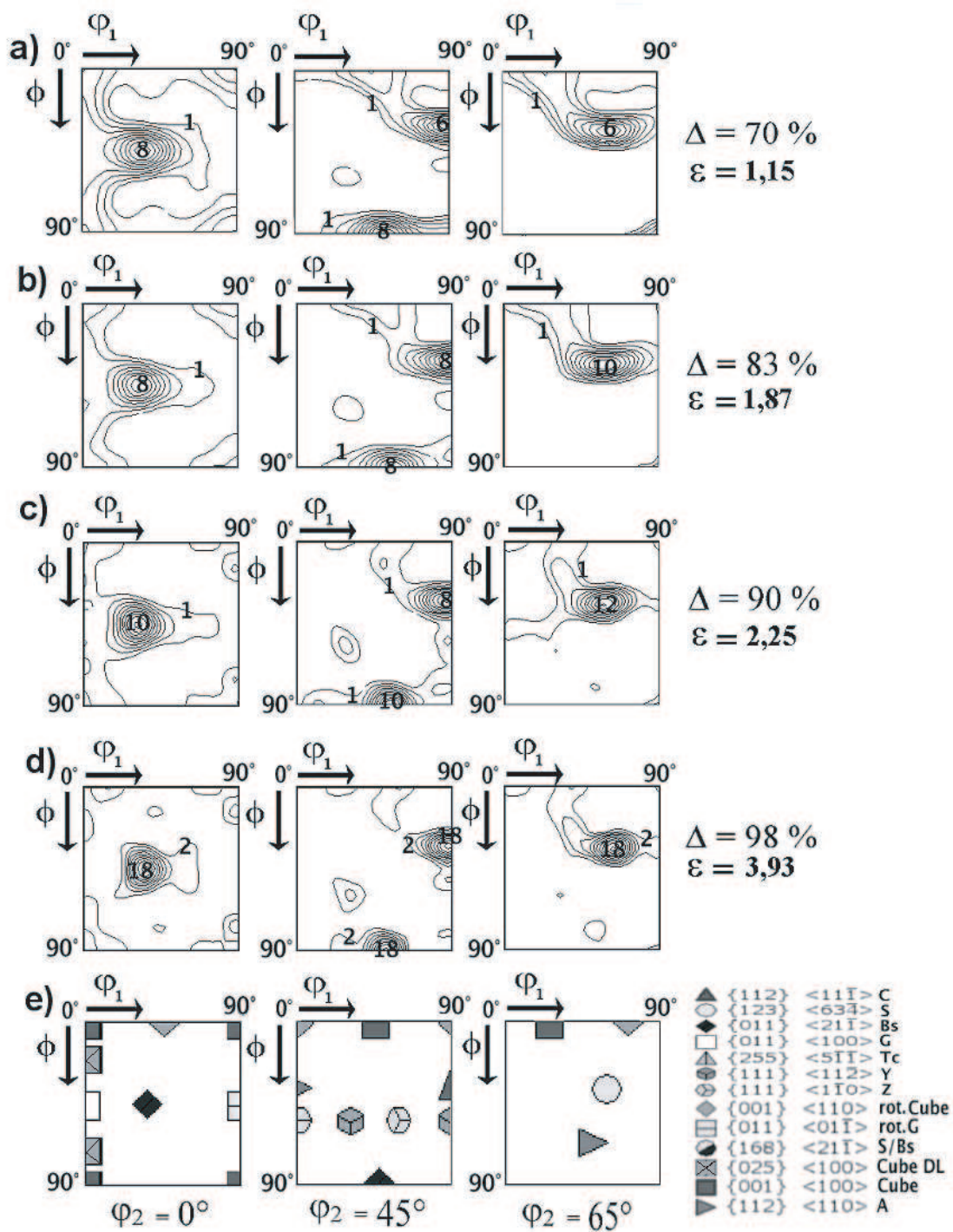


FIG. 3.5 – Sections à φ_2 constante (0, 45 et 65°) des FDO. a) $\varepsilon = 1,15$. b) $\varepsilon = 1,87$. c) $\varepsilon = 2,25$. d) $\varepsilon = 3,93$. e). Orientations idéales.

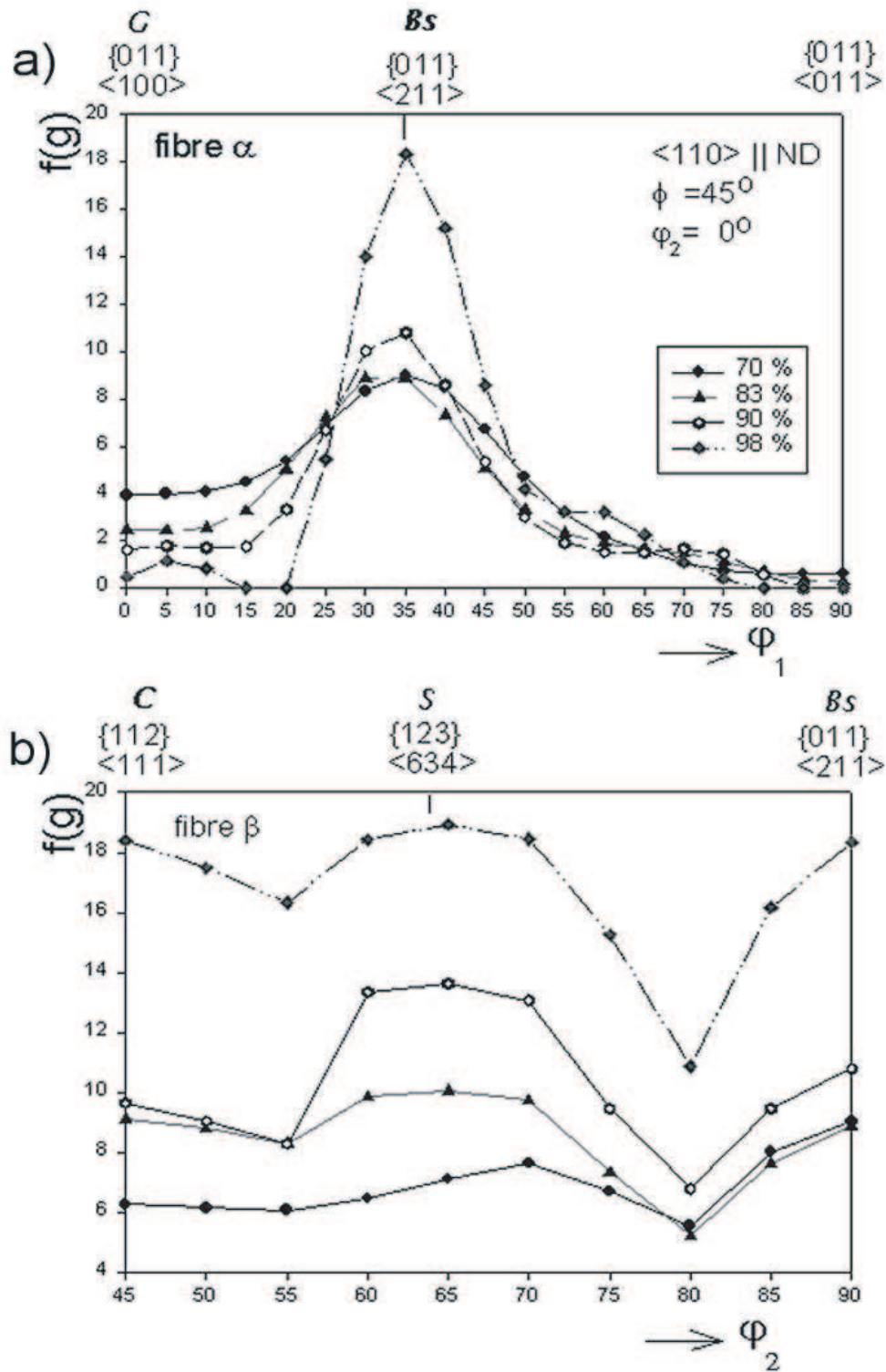


FIG. 3.6 – Evolutions de $f(g)$ pour les taux de réduction variant de $\Delta = 70 \%$ à $\Delta = 98 \%$.
a) Représentation le long de la fibre α . b) Représentation le long de la fibre β .

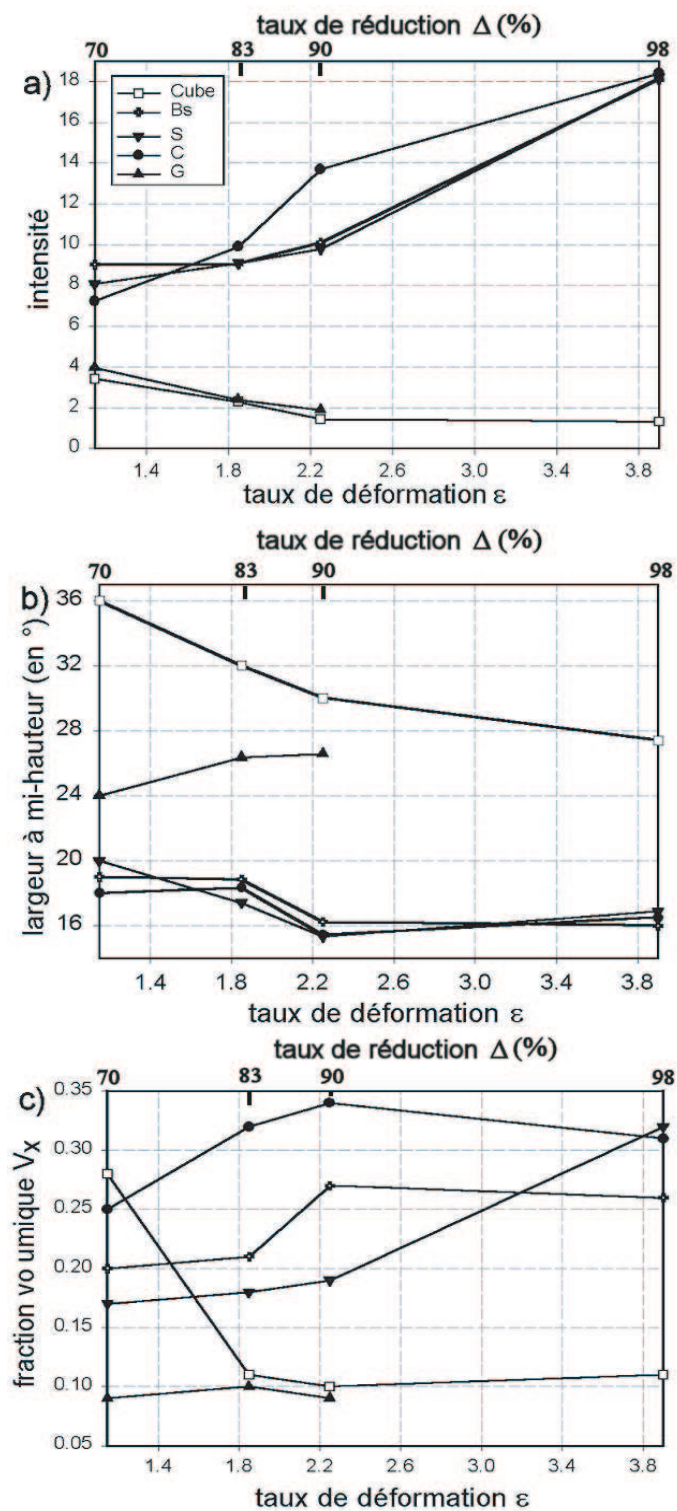


FIG. 3.7 – Evolutions des paramètres intensité, largeur à mi-hauteur et fraction volumique en fonction du taux de déformation. (les graphiques b) et c) sont issus de la décomposition des FDO en FG)

volumique de matériau d'orientation G reste constante entre $\Delta = 70\%$ et $\Delta = 90\%$ de déformation, pour disparaître totalement à $\Delta = 98\%$. Contrairement aux composantes de déformation, la fraction volumique estimée de matériau d'orientation Cube est relativement élevée (de l'ordre de 0,28) à l'état déformé à $\Delta = 70\%$, mais pour une valeur de dispersion élevée autour de la position Cube. L'augmentation du taux de déformation entraîne une diminution de la fraction volumique de Cube, mais avec de plus faibles valeurs de dispersion. Une valeur proche de 0,1 est atteinte à $\Delta = 90\%$ de réduction.

Etats partiellement et totalement recristallisés

Au vu des cinétiques de recristallisation associées au cuivre électrolytique après déformation à froid par laminage et recuits interrompus, des mesures ont été réalisées pour quelques états afin de suivre l'évolution globale de texture au cours de la recristallisation. Les figures de pôles des familles de plans $\{111\}$ recalculées après mesures de texture par diffraction X (figure 3.8) montrent qu'après déformation à $\Delta = 70\%$ et à $\Delta = 83\%$ et recristallisation complète, la composante de recristallisation Cube n'est pas majoritaire. Elle est renforcée, mais d'autres orientations se sont développées et provoquent l'apparition d'une texture relativement dispersée. A partir de $\Delta = 90\%$ de déformation, l'orientation Cube domine la texture.

Afin de comprendre précisément à l'échelle globale comment la texture se développe au cours de la recristallisation dans les deux cas différents cités, une comparaison directe entre les matériaux déformés à $\Delta = 70\%$ et $\Delta = 90\%$ est effectuée (figure 3.9).

Pour une fraction recristallisée de $X_v = 0,1$, un léger renforcement de l'orientation Cube est visible dans les deux cas. Les orientations Bs, C et S gardent les mêmes valeurs d'intensité pour ce taux de recristallisation. Pour une fraction recristallisée de $X_v = 0,5$, la différence est très clairement perçue. Dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$, l'orientation Cube est plus importante que dans l'état partiellement recristallisé précédent, mais avec une texture de déformation qui ne disparaît pas, les désorientations reliées aux trois orientations Bs, S et C restant identiques à celles de la texture initiale. Dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$, l'orientation Cube connaît quant à elle une accentuation importante de sa fraction volumique au sein du matériau, au détriment de certaines orientations de déformation telles que les orientations S et C. Pour des valeurs de la fraction recristallisée de $X_v = 0,8$ et $X_v = 1$, la composante Cube est consolidée dans le matériau LAF $\Delta = 70\%$. Les orientations Bs, C, S et G subsistent encore, mais avec de plus faibles valeurs d'intensité; la texture de recristallisation est relativement dispersée autour de chacune des cinq orientations idéales Bs, S, C, G et Cube. Pour les mêmes valeurs de fractions recristallisées, le matériau LAF $\Delta = 90\%$ est très fortement texturé majoritairement constitué par la composante Cube, avec une très faible quantité de matériau d'orientation désorientée - de l'ordre d'une dizaine de degrés dans l'espace des angles d'Euler - par rapport à la composante S.

Appliquée ici au cuivre électrolytique laminé à $\Delta = 70\%$ et $\Delta = 90\%$ et après recuits interrompus [Gerber a], la méthode de décomposition des FDO en FG permet d'accéder

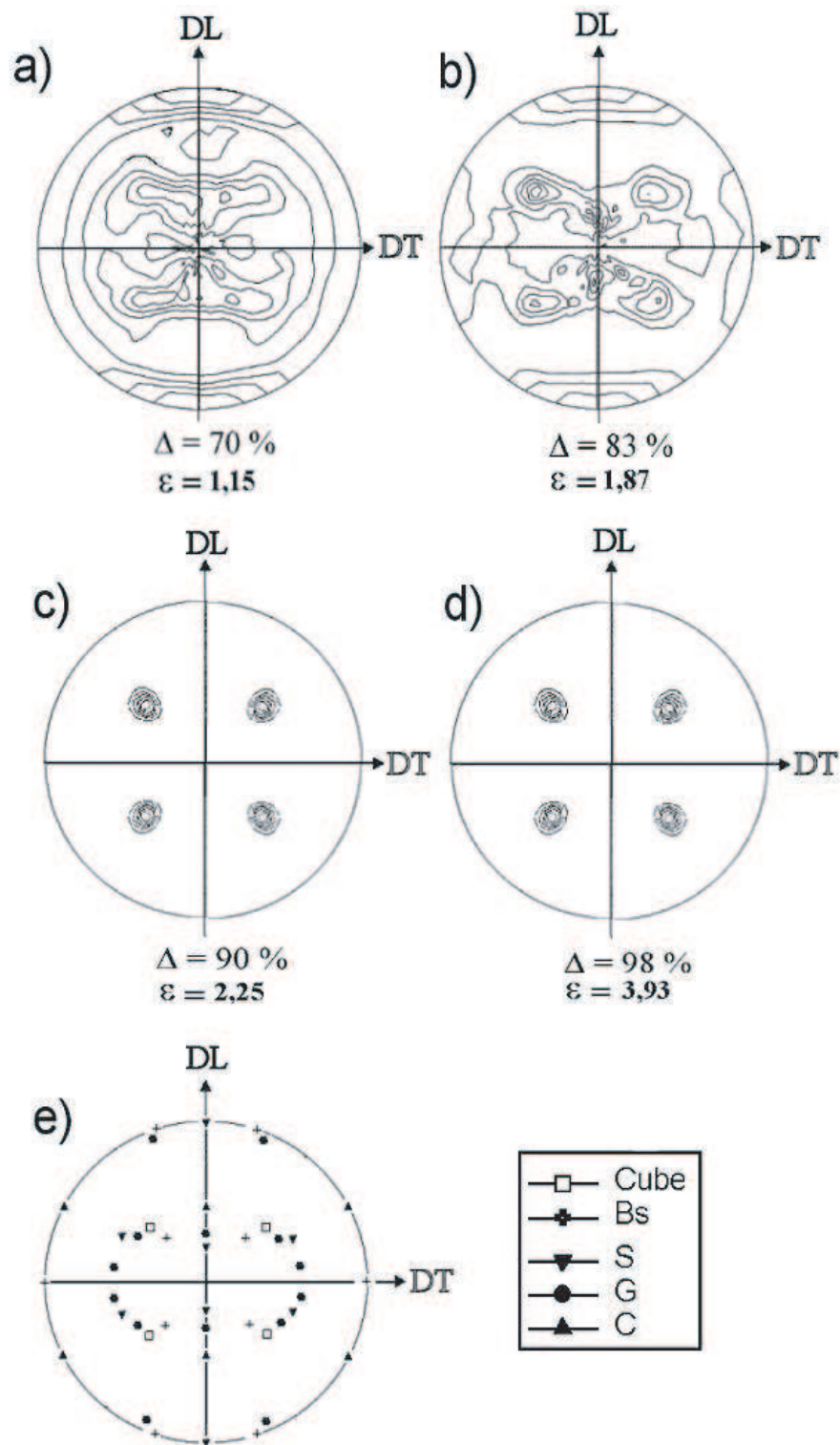


FIG. 3.8 – Figures de pôles corrigées des familles de plans $\{111\}$ issues de mesure de textures par diffraction X. a) $\Delta = 70 \%$. b) $\Delta = 83 \%$. c) $\Delta = 90 \%$. d) $\Delta = 98 \%$. e) Orientations idéales.

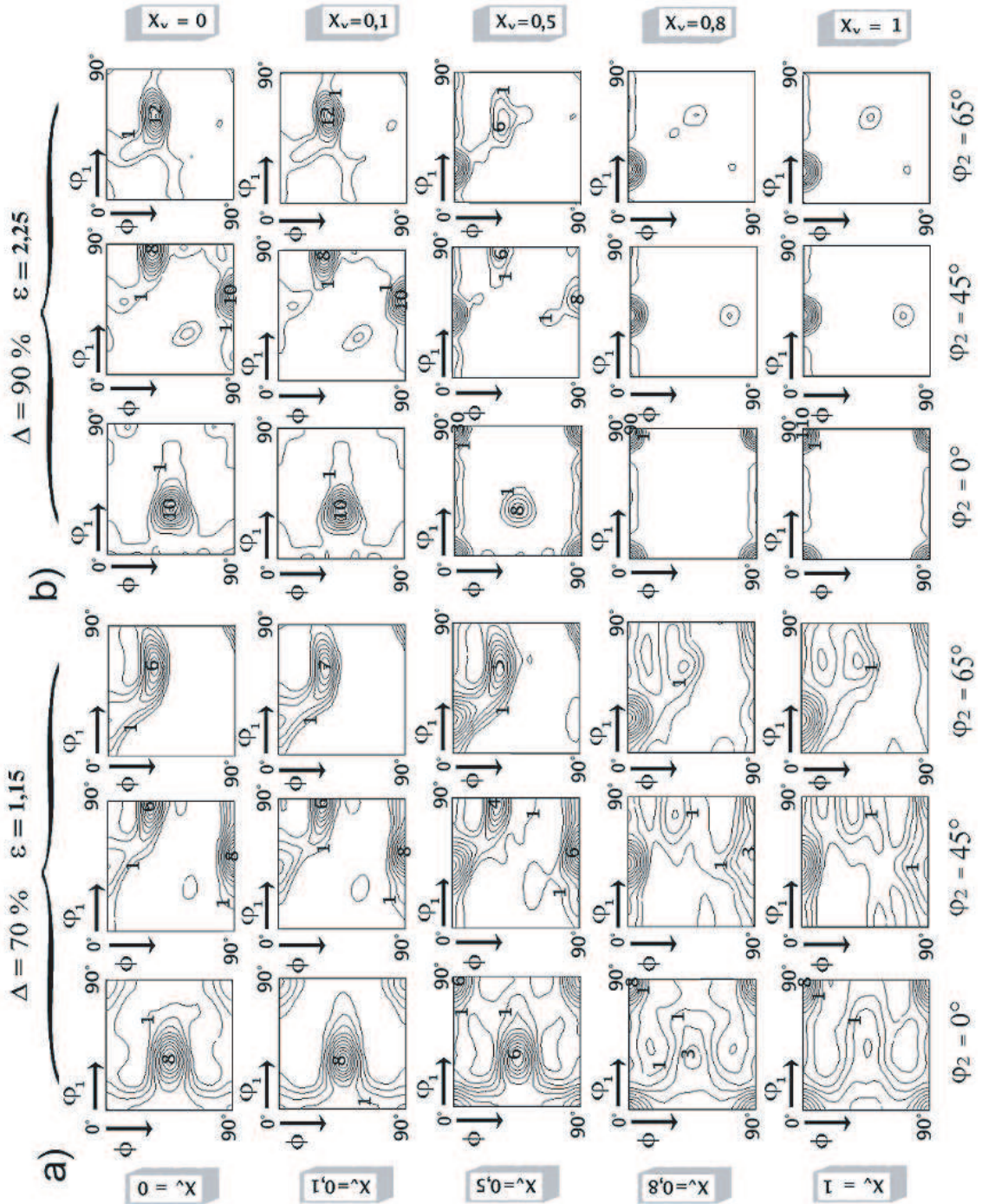


FIG. 3.9 – Sections à φ_2 constante (0, 45 et 65°) des FDO du cuivre LAF. a) $\Delta = 70\%$. b) $\Delta = 90\%$.

ainsi aux cinétiques de recristallisation de ces matériaux composante par composante (figures 3.10 et 3.11).

Cinq orientations ont été prises en compte, à savoir les trois composantes principales de déformation Bs, S, C, et les deux composantes principales de recristallisation G et Cube (notons cependant que ces cinq composantes sont toutes présentes à l'état déformé). L'essentiel du processus de recristallisation se produit dans la gamme de température 120-150°C pour le matériau laminé à $\Delta = 90$ % de réduction et dans la gamme de température 200-300°C pour le matériau laminé à $\Delta = 70$ % (ce qui est en adéquation avec les estimations de la cinétique de recristallisation obtenue par les différentes méthodes explicitées). Des valeurs de dispersion relativement faibles (de l'ordre de 20° pour le matériau LAF $\Delta = 70$ % et de 15° pour le matériau LAF $\Delta = 90$ %) sont associées aux composantes principales de déformation assurant ainsi une certaine acuité de la texture de déformation. Les valeurs de dispersion sont plus importantes pour les orientations G (environ 27° pour le matériau LAF $\Delta = 70$ % et 30° pour le matériau LAF $\Delta = 90$ %) et Cube (37° pour le matériau LAF $\Delta = 70$ % et 32° pour le matériau LAF $\Delta = 90$ %). Les fractions volumiques associées permettent de rendre compte que la proportion de matériau d'orientation Cube (compte tenu de la dispersion élevée) est relativement importante (de l'ordre de 30 %) dans le matériau LAF $\Delta = 70$ %, et diminue fortement dans le matériau LAF $\Delta = 90$ % (de l'ordre de 10 % seulement). La proportion d'orientation G est constante aux alentours de 10 % à l'état déformé quel que soit le taux de réduction. Les fractions volumiques associées aux composantes de déformation Bs et S augmentent faiblement avec le taux de réduction (22 à 24 % pour Bs et 22 à 35 % pour S). Enfin, la fraction volumique de l'orientation C diminue très faiblement avec l'augmentation du degré de laminage (de 21 à 18 %). Dans le matériau LAF $\Delta = 70$ %, les dispersions associées aux composantes de déformation augmentent significativement lors de la recristallisation. Une augmentation brutale est observée pour les orientations C (de 20° à l'état déformé à 33° à l'état recristallisé) et S (de 20° à l'état déformé à 45° à l'état recristallisé), conduisant à d'importantes valeurs des fractions volumiques de ces orientations à l'état recristallisé (28 % pour C et 38 % pour S). L'orientation Bs quant à elle voit sa dispersion augmenter plus faiblement (de 20° à l'état déformé à 24° à l'état recristallisé), et conduit au contraire à une diminution de la fraction volumique de matériau associé à l'orientation Bs (11 % à l'état recristallisé). La dispersion autour de l'orientation Cube atteint une valeur proche de 25° à 240°C et reste constante jusqu'à la fin du processus, correspondant à une valeur de fraction volumique de l'ordre de 25 %.

Dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90$ %, la cinétique de recristallisation est beaucoup plus brutale. C'est entre 130 et 150°C que la fraction volumique d'orientation Cube augmente significativement atteignant 87 % en fin de processus, entraînant ainsi la disparition des orientations Bs, C et G. Une orientation quelque peu désorientée par rapport à la composante S est présente à l'état recristallisé, mais en très faible quantité (12 %).

Notons que dans les deux cas étudiés, les dispersions associées à l'orientation Cube diminuent juste avant le début du processus de recristallisation (de l'ordre d'une dizaine

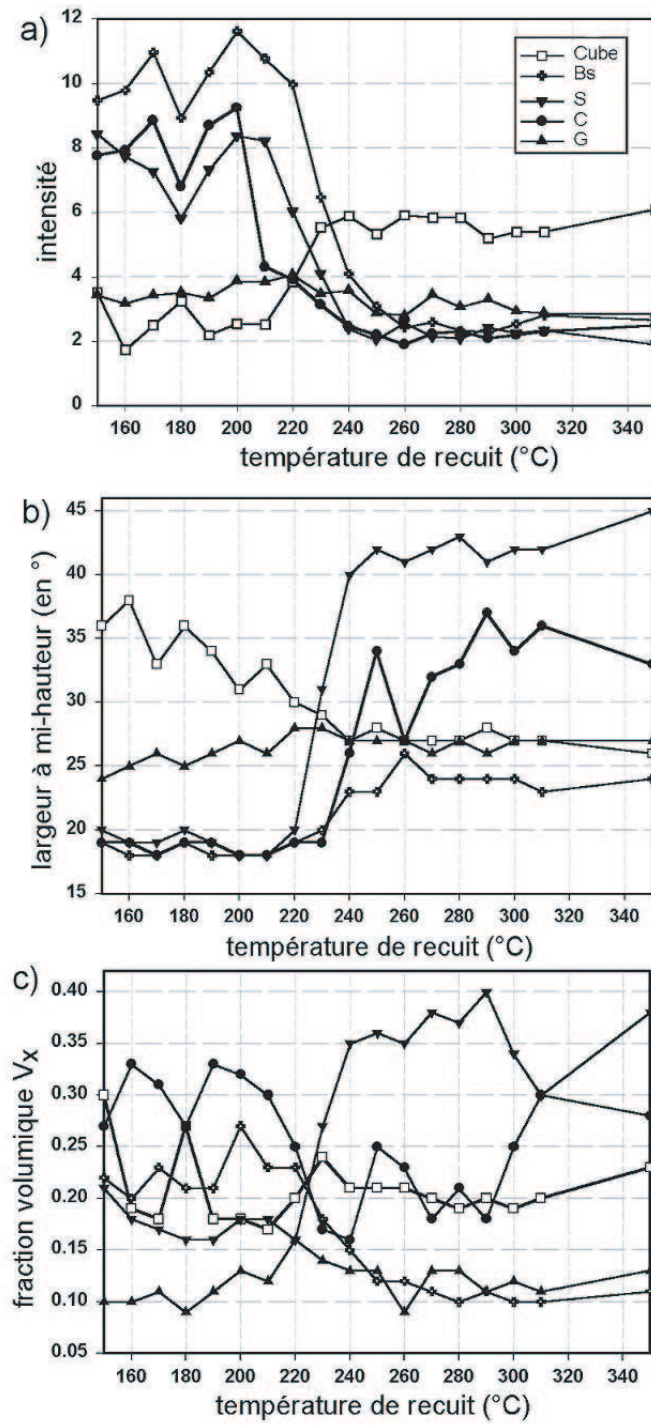


FIG. 3.10 – Evolutions des paramètres intensité, largeur à mi-hauteur et fraction volumique en fonction de la température de recuit pour le matériau cuivre LAF $\Delta = 70\%$. (les graphiques b) et c) sont issus de la décomposition des FDO en FG

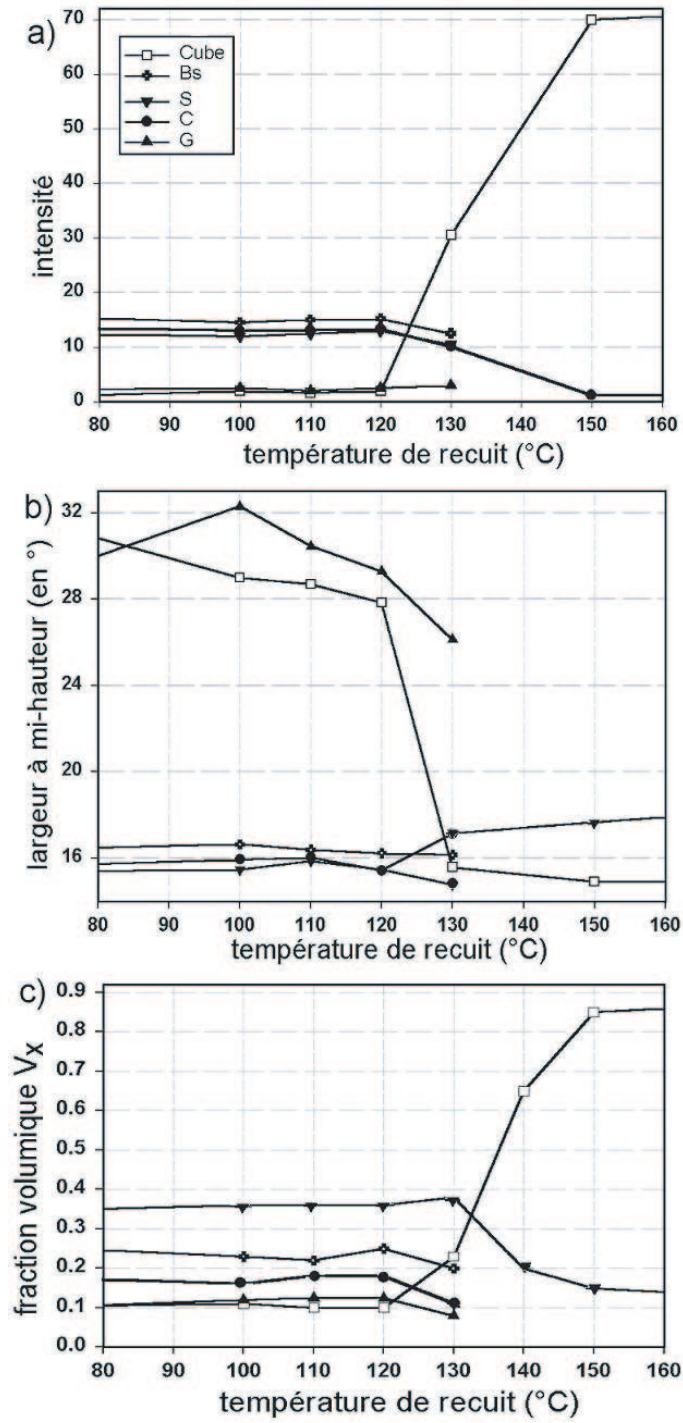


FIG. 3.11 – Evolutions des paramètres intensité, largeur à mi-hauteur et fraction volumique en fonction de la température de recuit pour le matériau cuivre LAF $\Delta = 90\%$. (les graphiques b) et c) sont issus de la décomposition des FDO en FG).

de degrés dans la matériau LAF $\Delta = 70$ % et de l'ordre quelques degrés seulement dans le matériau LAF $\Delta = 90$ %), comportements pouvant être représentatifs dans les deux cas de LAF d'un processus de *restauration*, déjà mis en avant précédemment dans le même matériau par Necker (cf. paragraphe 1.2.4, [Necker 97]), et Ridha et Hutchinson [Ridha 82].

3.3.2 Laitons- α

Etats laminés à chaud

La figure 3.12 montre les FDO des textures des états LAC pour les deux compositions massiques en zinc (15 et 33 %). Contrairement au cuivre LAC, les matériaux laitons présentent une texture relativement dispersée (faibles intensités associées aux composantes de ces textures), mais avec une fibre- α plus ou moins marquée (composantes G et Bs plus importantes que les autres orientations constituant la texture), accompagnée par les orientations S et C de plus faible poids. La méthode de DFG n'est donc pas adaptée, une texture de fibre marquée ne pouvant être décrite. Notons que la composante Cube pour les deux cas étudiés est relativement marquée ($f(g) \simeq 2,45$). Pour les deux matériaux CuZn15 et CuZn33, les composantes de macles BsM et GM sont présentes au sein de la texture LAC.

Etats laminés à froid

Les sections à φ_2 constante ($0, 30$ et 65° des FDO des laitons- α CuZn15 et CuZn33 issues des mesures de texture par DRX après laminage industriel à froid à un taux de réduction de $\Delta = 80$ % ($\varepsilon = 1,50$) sont représentées figure 3.13. Elles sont directement comparées aux sections à φ_2 constante ($0, 30$ et 65° des FDO du cuivre électrolytique laminé à température ambiante à $\Delta = 83$ %. La section à $\varphi_2 = 45^\circ$ n'est pas représentée, puisque la composante C est absente des textures LAF des matériaux CuZn15 et CuZn33.

Une perte d'intensité de la fibre- β au profit de la fibre- α est clairement visible pour les matériaux CuZn15 et CuZn33. En particulier les orientations Bs et G sont renforcées. L'orientation S est relativement faible, le maximum relatif à cette orientation étant de plus déplacé de quelques degrés par rapport à la position idéale. L'orientation Cube diminue faiblement avec la composition. Enfin, les orientations BR, BsM et GM sont toutes trois présentes dans les matériaux CuZn15 et CuZn33.

Les figures 3.14a, b et c permettent, toujours grâce à la méthode de décomposition des FDO en FG, de rendre compte des évolutions des orientations avec la composition, après LAF. Alors que les différences des caractéristiques intensité, largeur à mi-hauteur, et fraction volumique sont importantes entre le cuivre électrolytique et les matériaux CuZn15, CuZn33, elles sont moins marquées entre les deux alliages.

Ces graphiques montrent clairement une différence de comportement entre les matériaux Cu, et (CuZn15, CuZn33) lors de l'étape de déformation à froid par laminage, conduisant à des textures différentes. En particulier, l'absence de matériau orienté C et un renforcement de la fibre- α peuvent être soulignés avec une augmentation de la composition. Deuxième-

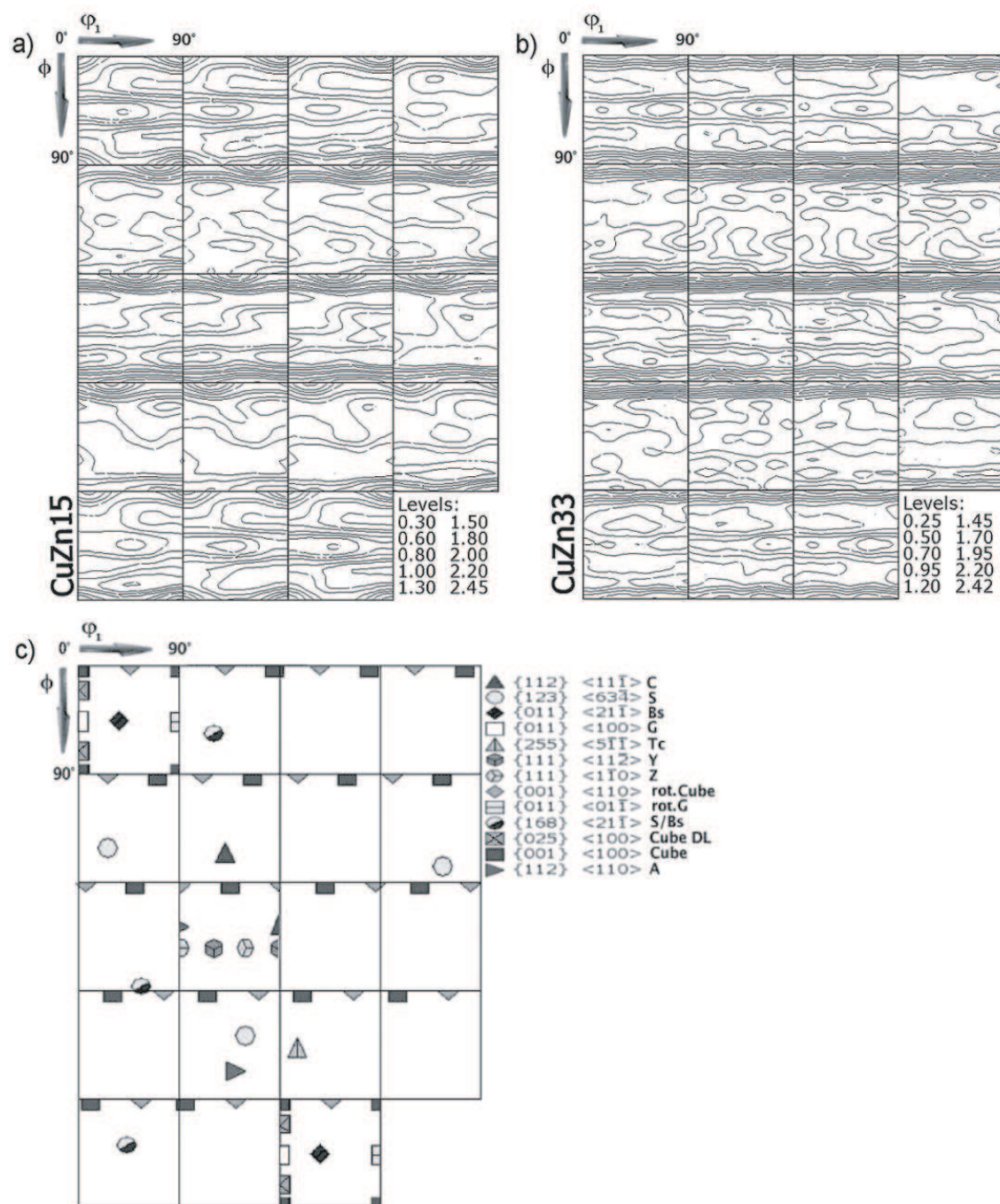


FIG. 3.12 – FDO des matériaux laitons- α LAC. a) CuZn15. b) CuZn33. c) Orientations idéales.

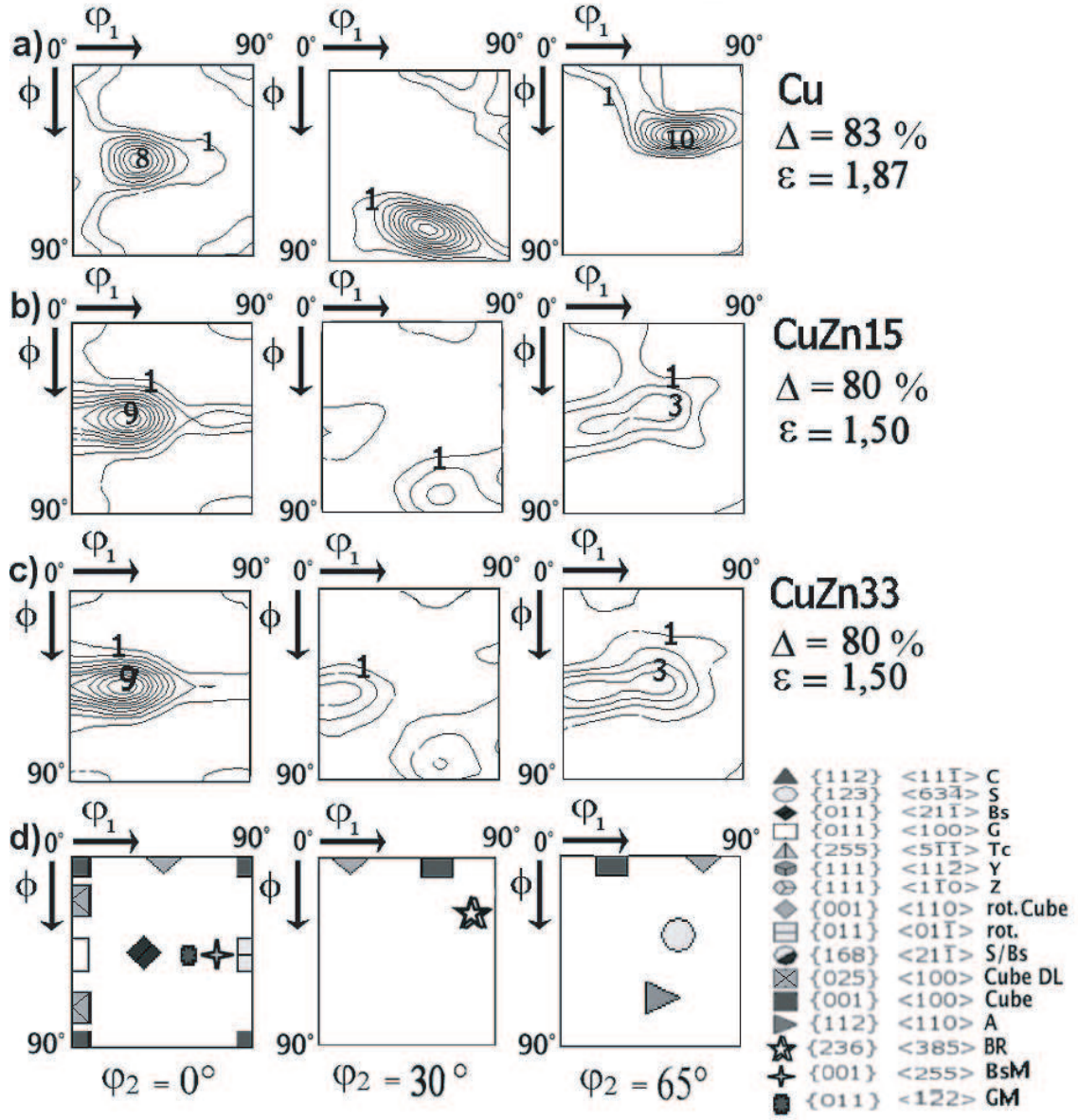


FIG. 3.13 – Sections à ϕ_2 constante (0° , 30° et 65°) des FDO des états LAF. a) Cuivre, $\varepsilon = 1,87$. b) CuZn15, $\varepsilon = 1,50$. c) CuZn33, $\varepsilon = 1,50$. d) Orientations idéales.

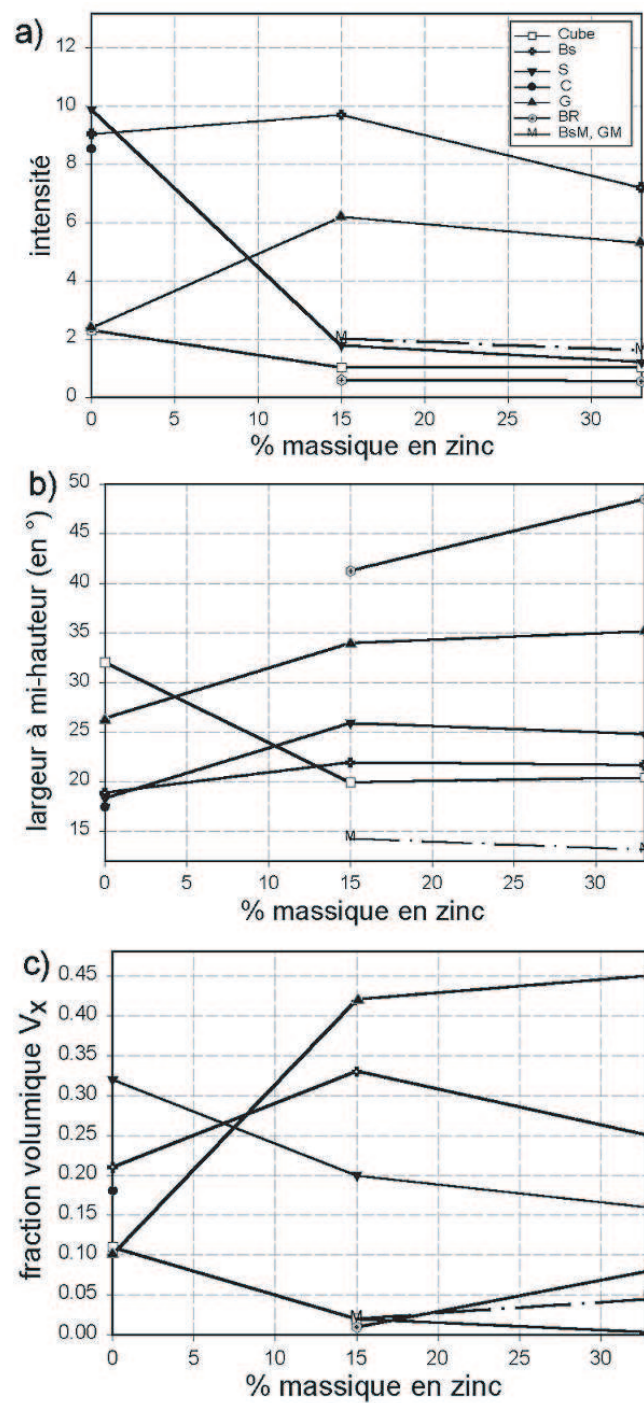


FIG. 3.14 – Evolutions des paramètres intensité, largeur à mi-hauteur et fraction volumique en fonction du pourcentage massique en zinc après LAF (les graphiques b) et c) sont issus de la décomposition des FDO en FG).

ment, le maclage de déformation est clairement mis en évidence ici dans le cas des laitons, alors que dans le cuivre, il ne peut être observé par technique de diffraction X. Le renforcement de la fibre- α dans le cas du matériau CuZn15 se fait par une augmentation très nette des intensités et des dispersions des orientations Bs et G. Le même effet est également observé dans le matériau CuZn33, mais les valeurs des intensités observées sont plus faibles pour les deux orientations Bs et G. L'orientation Cube présente une intensité et une dispersion faibles dans les deux alliages. Une fraction volumique quasi-nulle de matériau orienté Cube est obtenue dans le cas de l'alliage CuZn33. L'orientation BR conserve la même intensité dans les deux cas, mais est plus dispersée dans le matériau CuZn33. La fraction volumique de matériau orienté BR est plus élevée dans le matériau CuZn33. Le maclage concerne une fraction volumique relativement faible de matériau (5 % dans le cas du CuZn33).

Etats partiellement et totalement recristallisés

Les coupes à φ_2 constante (0, 30 et 65°) des FDO des états recristallisés des matériaux CuZn15 et CuZn33 sont représentées figure 3.15 (toujours pour comparaison, les sections à φ_2 constante de la FDO après recristallisation du cuivre LAF $\Delta = 83$ % sont également représentées). Tandis que dans le cuivre, un renforcement très net de la composante Cube est perçu (accompagné par une rétention des composantes principales de déformation), le cas des alliages est plus nuancé. Le faible renforcement des composantes de recristallisation Cube et BR (pour des maxima de 3,60 dans le cas de CuZn15 et 4,50 dans le cas de CuZn33) est accompagné par une rétention des composantes de déformation (Bs, G et S). Les composantes de macles sont présentes après recristallisation.

A partir de la méthode de décomposition des FDO en FG (figures 3.16 et 3.17), les cinétiques composante par composante sont ainsi obtenues pour les deux matériaux laitons- α . Dans le matériau CuZn15, jusqu'à une température de 300°C, la texture globale reste relativement stable, alors que dans le cas du matériau CuZn33, à 250°C, les premières modifications apparaissent. En particulier, notons les chutes relativement brutales des intensités reliées aux orientations principales de déformation, soient G et Bs. La dispersion ne diminuant pas aussi brutalement, ceci se traduit par une perte importante de matériau proche des positions des orientations idéales. Les fractions volumiques de ces orientations passent d'environ 0,4 à moins de 0,1 pour le matériau CuZn15 et de 0,30 à 0,15 pour CuZn33. Les orientations Cube et S voient leur fraction volumique augmenter de façon significative, sans accroître leur intensité, mais par une augmentation de leur dispersion en début de processus. Notons "l'apparition" de l'orientation C à une température de 350°C (déjà auparavant observée, mais non expliquée [Gerber 01a]), pour une fraction volumique non-négligeable (0,25 pour une largeur à mi-hauteur de 40°) dans le cas de CuZn15. Pour le matériau CuZn33, la "composante C" est présente à partir de 300°C, mais pour des valeurs de dispersion bien plus importantes (largeur à mi-hauteur pouvant atteindre jusqu'à 55°, soit $w_0 = 33^\circ$). Les composantes BR, BsM et GM voient leurs caractéristiques (intensité-largeur à mi-hauteur-fraction volumique) rester constantes tout au long du processus quel

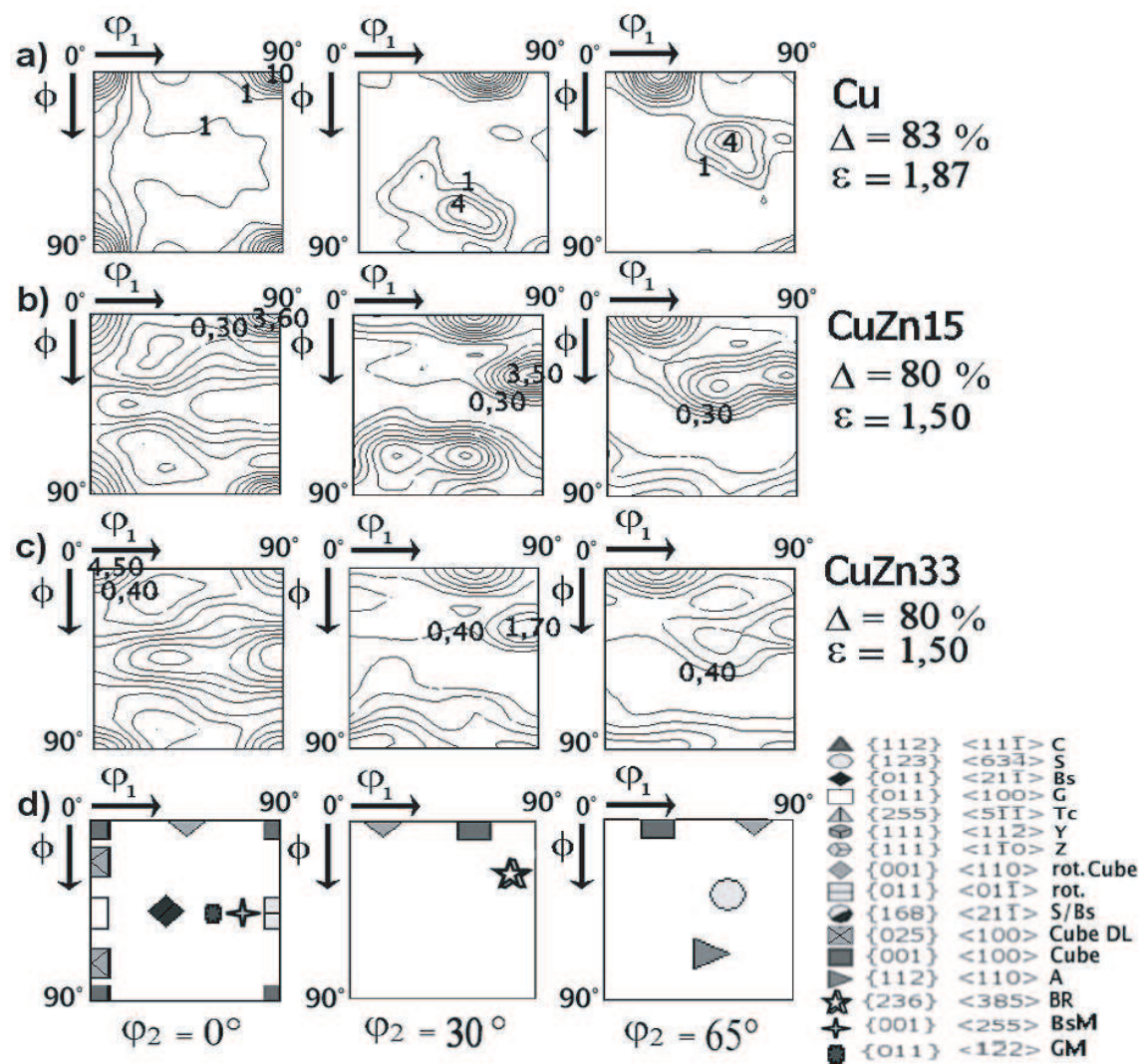


FIG. 3.15 – Sections à φ_2 constante (0° , 30° et 65°) des FDO des états recristallisés. a) Cuivre, $\varepsilon = 1,15$. b) CuZn15, $\varepsilon = 1,50$. c) CuZn33, $\varepsilon = 1,50$. d) Orientations idéales.

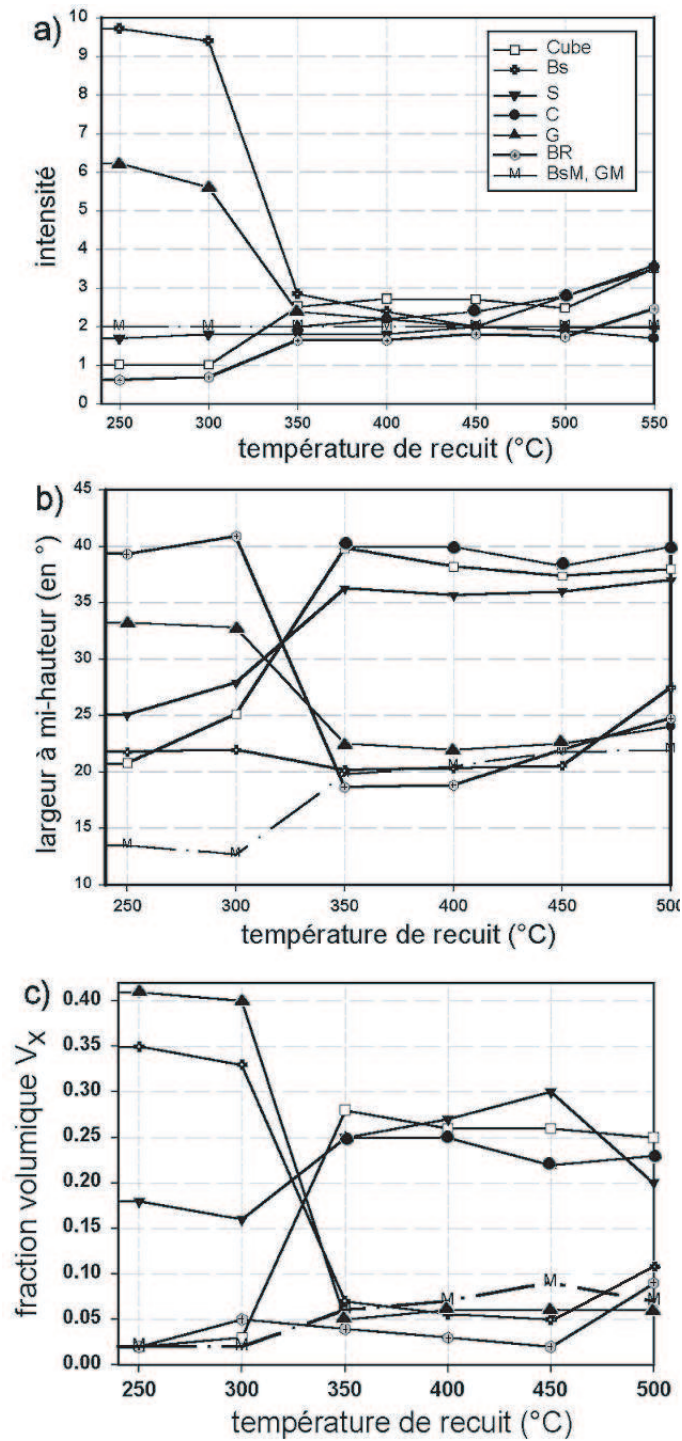


FIG. 3.16 – Evolutions des paramètres intensité, largeur à mi-hauteur et fraction volumique en fonction de la température de recuit pour le matériau CuZn15 LAF $\Delta = 80\%$ (les graphiques b) et c) sont issus de la décomposition des FDO en FG).

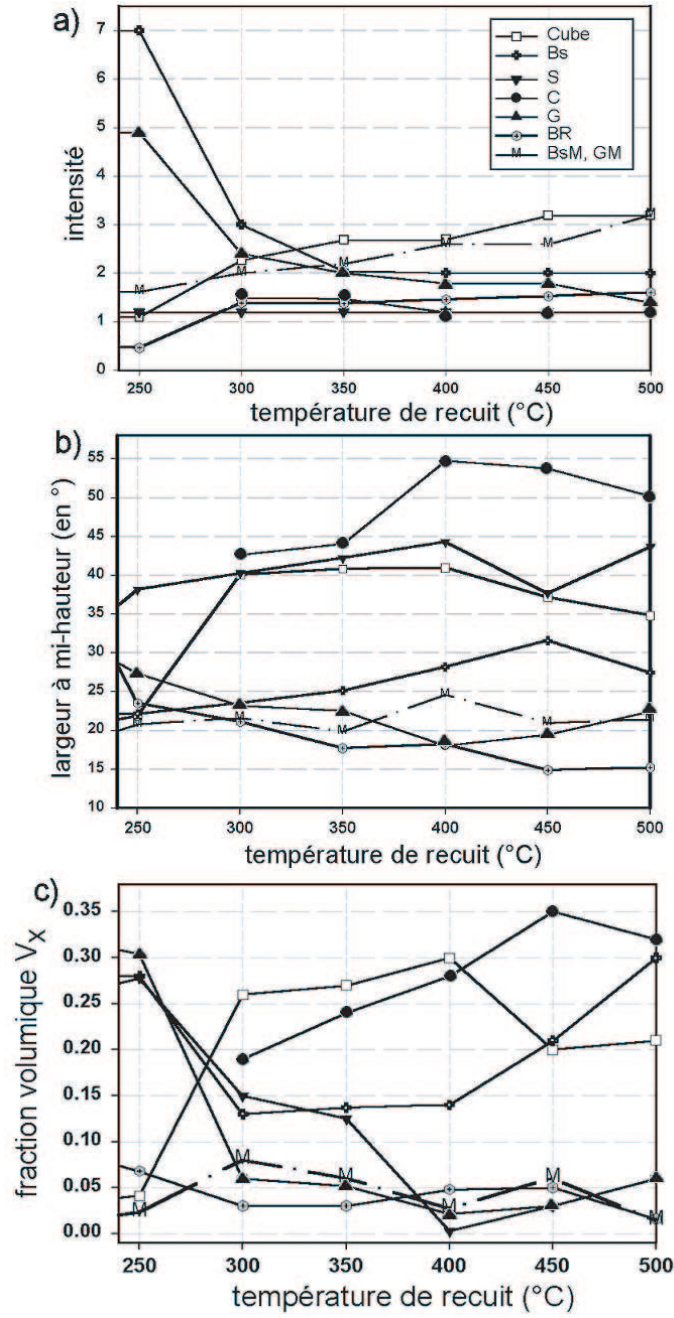


FIG. 3.17 – Evolutions des paramètres intensité, largeur à mi-hauteur et fraction volumique en fonction de la température de recuit pour le matériau CuZn33 LAF $\Delta = 80 \%$ (les graphiques b) et c) sont issus de la décomposition des FDO en FG).

que soit l'alliage. En fin de recristallisation, les textures sont dispersées, constituées par un ensemble d'orientations peu marquées, car de faibles intensités aux positions idéales.

3.4 Mesures locales des orientations

3.4.1 Cuivre électrolytique

Etat laminé à chaud

Les mesures EBSD des orientations locales sur l'état LAC sont cohérentes avec les mesures de texture réalisées par diffraction X, comme le montrent les coupes à φ_2 constante (0, 45 et 65°) (figure 3.18a), puisque les maxima obtenus correspondent aux positions des orientations idéales Bs, S, C, G et Cube.

Notons la présence de macles de première génération essentiellement ($\sum 3$). Le processus de maillage semble être actif sur l'ensemble des orientations, principales ainsi qu'aléatoires (figure 3.18b).

Etats laminés à froid

Relation entre microstructure, orientations locales et désorientations. Des mesures EBSD ont été réalisées sur l'ensemble des matériaux aux états déformés. Pour exemple, les cartographies après mesures (selon les plans DL, DN et DL, DT) sur les états LAF $\Delta = 70\%$ et $\Delta = 90\%$ montrent qu'un renforcement de la texture de déformation (déjà mis en évidence par diffraction X) est visible avec une augmentation du taux de réduction (figures 3.19 et 3.20). Une bonne corrélation est donc obtenue entre les mesures globales de textures par diffraction X et les mesures plus locales. La comparaison des sections à φ_2 constante des FDO pour les deux états LAF montre que les dispersions associées aux orientations idéales Bs, S, C et Cube sont moins importantes dans le matériau LAF $\Delta = 90\%$.

Les cartographies des orientations (figures 3.19b, e et 3.20b, e) montrent que les grains d'orientations Bs, S et C ont une morphologie classique de grains laminés, c'est-à-dire présentant un allongement selon la direction de laminage plus important que dans les directions transverse et normale, et ce pour l'ensemble des taux de déformation auxquels ont été soumis les matériaux cuivre. Une microstructure beaucoup plus marquée est obtenue après déformation à un taux de $\Delta = 90\%$. Pour les matériaux LAF $\Delta = 70\%$ et $\Delta = 90\%$ selon les plans transverses, de rares bandes de cisaillement (associées à des variations importantes des orientations locales) sont mises en évidence par EBSD (repérées par le symbole * sur les cartographies des orientations mesurées selon la direction transverse); ces dernières se trouvent être proches des orientations idéales C et S.

Une étude des désorientations moyennes intragranulaires (calculées pour l'ensemble des points constituant un même grain²) par orientation idéale a été effectuée sur l'ensemble

2. Un grain est défini dans OIM par un groupe de points connectés et d'orientation similaire, selon la

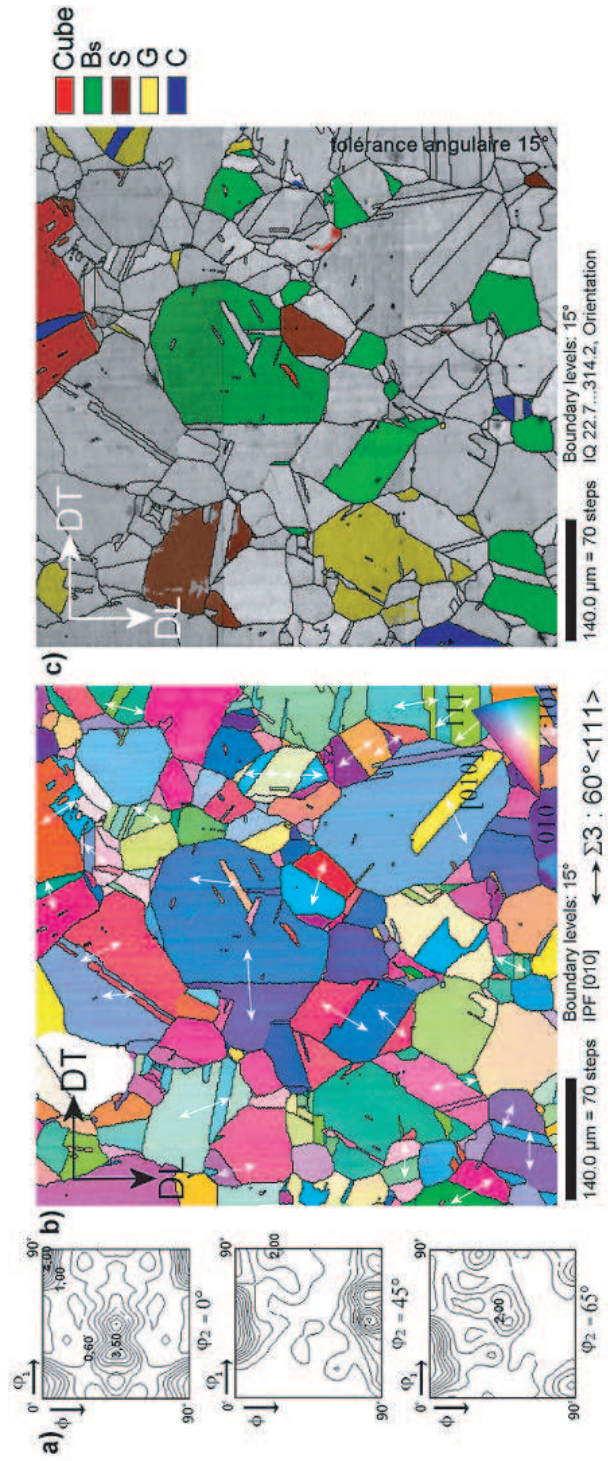


FIG. 3.18 – *Etat LAC cuivre électrolytique a) Coupes à φ_2 constante (0° , 45° et 65°) de la FDO. b) Cartographie d'orientations $[010]$. c) Représentation de l'indice q et des orientations idéales.*

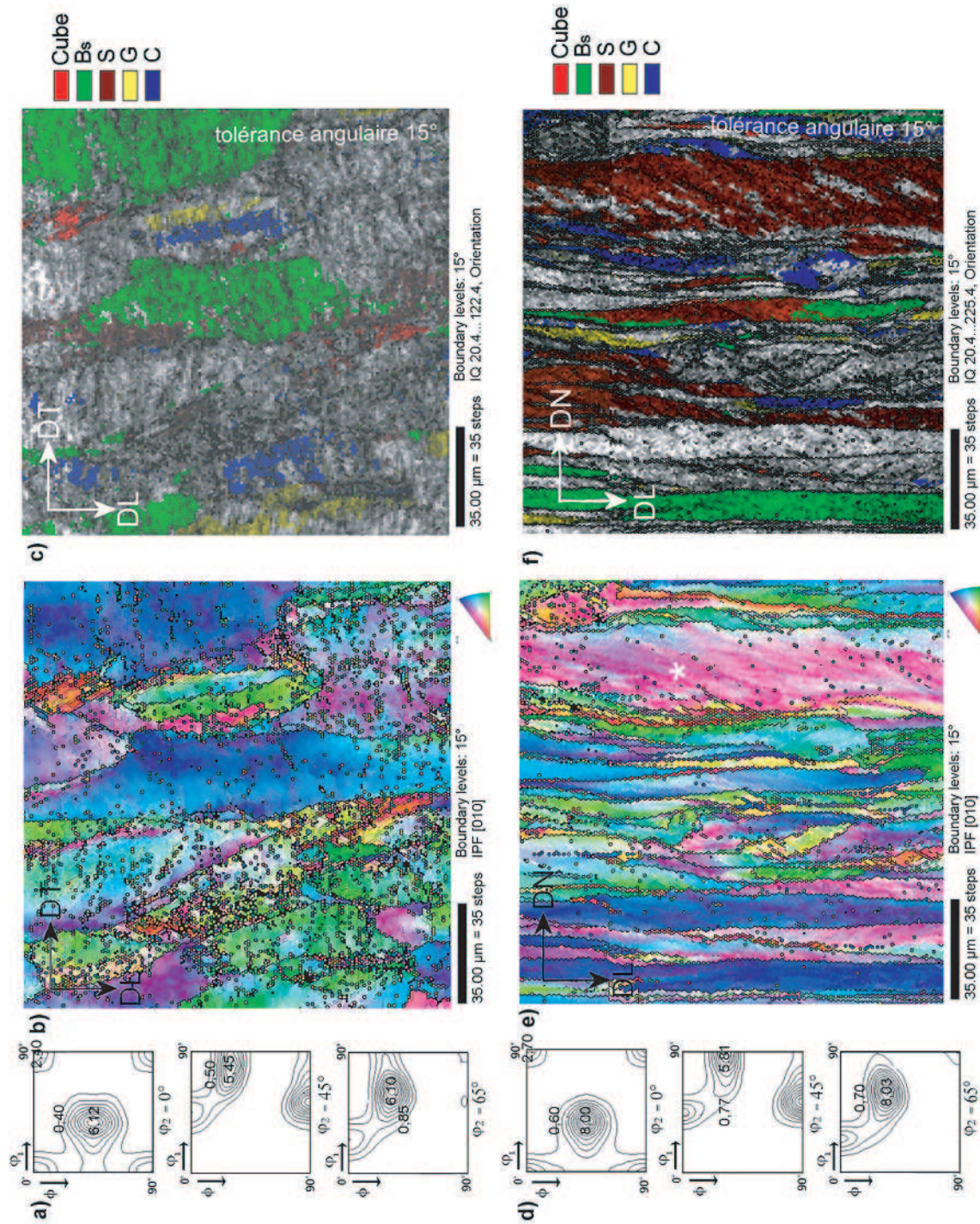


FIG. 3.19 – *Etat LAF cuivre électrolytique $\Delta = 70\%$. Mesures selon le plan (DL, DT). a) Coupes à φ_2 constante ($0, 45$ et 65°) Représentation de l'indice q et des orientations idéales. Mesures selon le plan (DL, DN). d) Coupes à φ_2 constante ($0, 45$ et 65°) de la FDO. e) Cartographie d'orientations [010]. f) Représentation de l'indice q et des orientations idéales.*

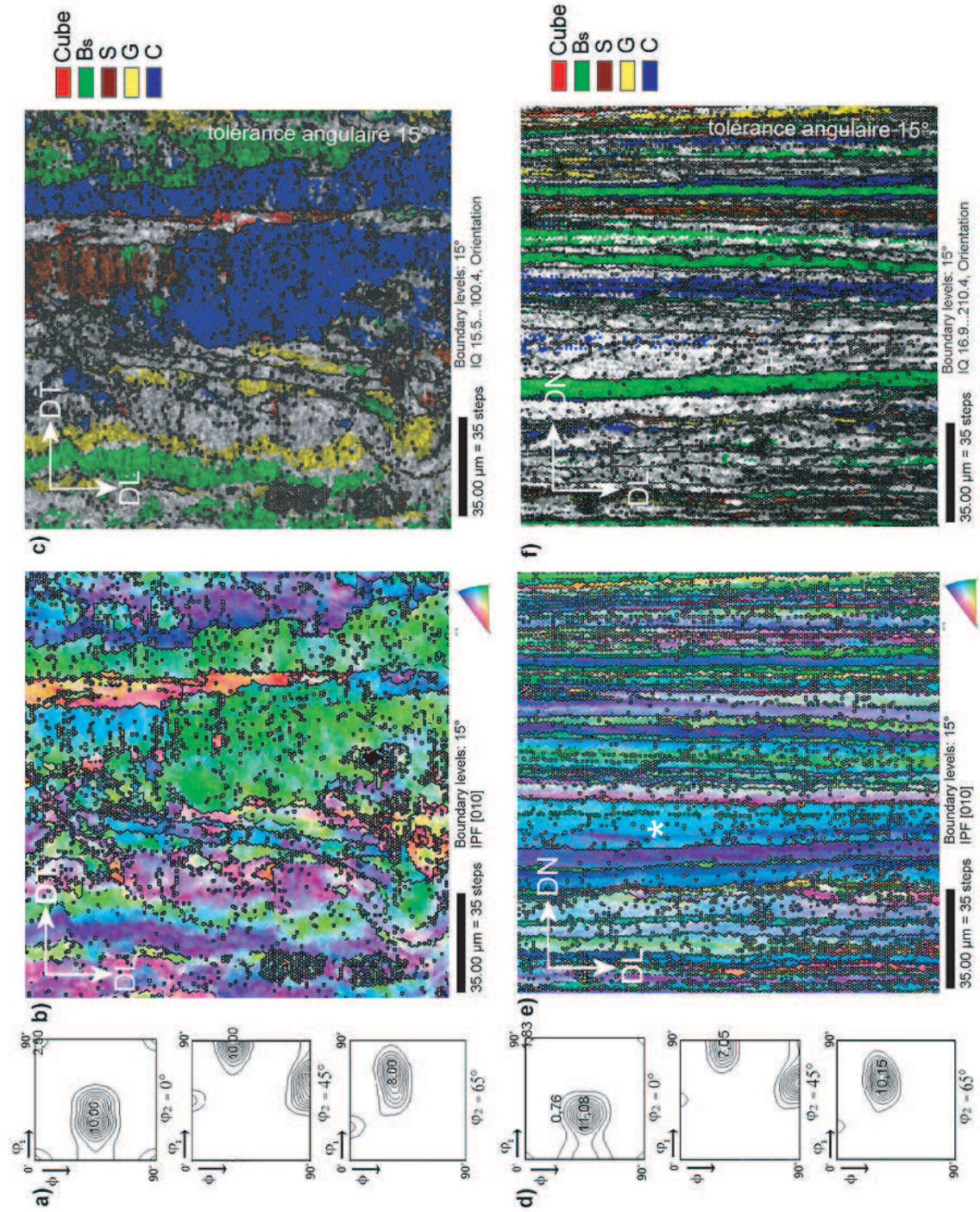


FIG. 3.20 – Etat LAF cuivre électrolytique $\Delta = 90$ %. Mesures selon le plan (DL, DT). a) Coupes à φ_2 constante (0, 45 et 65°) de la FDO. b) Cartographie d'orientations [010]. c) Représentation de l'indice q et des orientations idéales. Mesures selon le plan (DL, DN). d) Coupes à φ_2 constante (0, 45 et 65°) de la FDO. e) Cartographie d'orientations [010]. f) Représentation de l'indice q et des orientations idéales.

Orientations idéales	Taux de réduction par laminage			
	70 %		90 %	
	DN • désorientation moyenne (en °) • désorientation minimale • désorientation maximale • nombre de grains	DT • désorientation moyenne (en °) • désorientation minimale • désorientation maximale • nombre de grains	DN • désorientation moyenne (en °) • désorientation minimale • désorientation maximale • nombre de grains	DT • désorientation moyenne (en °) • désorientation minimale • désorientation maximale • nombre de grains
Bs	8,81° 4,80° 18,90° 66	6,80° 3,80° 9,10° 26	10,20° 5,60° 21,70° 10	5,97° 4,30° 8,70° 29
S	9,35° 4,50° 18,0° 34	7,17° 4,10° 10,80° 19	8,05° 5,50° 19,30° 16	6,55° 3,70° 10,10° 12
C	8,33° 5,60° 13,30° 33	7,13° 4,50° 12,50° 20	7,36° 1,20° 11,70° 16	5,67° 4,20° 8,50° 40
G	11,12° 5,30° 20,00° 15	7,30° 5,20° 11,50° 15	9,42° 5,80° 19,30° 8	4,71° 3,70° 6,90° 6
Cube	10,70° 5,42° 18,70° 55	9,47° 4,40° 18,00° 19	7,22° 1,40° 23,20° 13	3,89° 1,34° 7,40° 16

TAB. 3.2: Désorientations intragranulaires moyennes reliées aux orientations idéales (matériaux cuivre LAF 70 et 90 %).

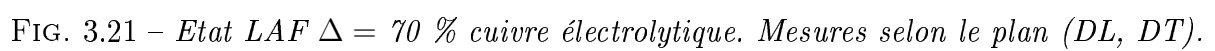
des cartographies obtenues après mesures EBSD (tableau 3.2).

Les désorientations calculées sont plus importantes dans les plans de laminage que dans les plans transverses (dû à un effet de taille plus importante dans le premier plan considéré des grains). La texture ayant tendance à se consolider avec une augmentation du taux de déformation, les désorientations intragranulaires associées aux orientations idéales C et S diminuent entre $\Delta = 70 \%$ et $\Delta = 90 \%$ de réduction (ceci n'est vrai pour l'orientation Bs que pour les désorientations mesurées dans le plan transverse); une concentration autour de ces orientations idéales se fait donc avec une augmentation du taux de déformation. Cette diminution de la désorientation est plus importante dans le cas de l'orientation Cube, ce qui peut s'expliquer par un phénomène de *restauration dynamique*.

Dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70 \%$, une analyse plus précise des grains ou germes d'orientation proches de la composante Cube (détectés en imposant une tolérance angulaire maximum de 15° permet de différencier deux types se distinguant par leur morphologie, par leurs orientation et désorientation intragranulaire, et enfin par leur environnement au sein de la matrice déformée. La figure 3.21 explicite ces deux différentes populations de grains d'orientation proche de Cube.

Un premier type (zones 1, 3 et 5) correspond aux grains d'orientation Cube de taille relativement importante (un diamètre de l'ordre de $30 \mu\text{m}$) et une désorientation intragran-

tolérance angulaire choisie par l'utilisateur. Typiquement, nous définissons un grain par une tolérance de 15° .



nulaire moyenne élevée (de $13,0^\circ$ à $16,7^\circ$). Le deuxième type rencontré (zones 2, 4 et 6) se rapporte aux grains de plus faible taille (de 1 à $15\ \mu\text{m}$ pour le diamètre) et désorientation intragranulaire moyenne (de 4° à $5,4^\circ$). Remarquons que l'environnement de ce dernier type de grains est toujours constitué par les orientations C et/ou S, alors que dans le cas du premier type, cette règle n'est pas toujours observée.

Dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ (figure 3.22), une unique population de "grains" d'orientation proche de Cube est mise en évidence. Des zones relativement peu importantes en taille (de l'ordre d'une dizaine de microns) de matériau d'orientations proches de Cube sont incluses au sein de bandes de transition pour lesquelles la désorientation intragranulaire peut atteindre jusqu'à 45° . Ces bandes de transition entre l'orientation Cube et G (ce qui est en adéquation avec les mesures effectuées par Julliard *et al.* dans le Fe-36%Ni [Julliard 01]) de morphologie particulière sont environnées par des grains d'orientation C et/ou S. Des indices de qualité q relativement élevés sont associés à ces sous-structures proches de Cube (de l'ordre de 140 dans ce cas, alors que cet indice q moyen est d'au maximum 121 dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$).

Evolution des fractions volumiques associées aux orientations idéales. Les distributions des fractions volumiques³ en fonction de la tolérance angulaire (jusqu'à 20°) par rapport aux cinq orientations idéales sont représentées figure 3.23 pour les deux matériaux LAF $\Delta = 70\%$ et $\Delta = 90\%$ (les valeurs présentées ne prennent pas en compte la symétrie orthotrope, et ne sont donc pas normalisées). Cela permet d'évaluer quantitativement l'influence du taux de déformation sur les fractions volumiques des composantes majoritaires.

Dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$, les maxima de ces distributions pour les orientations Bs et C sont situés à des tolérances angulaires supérieures à 15° (respectivement 16° et 18°), contre une tolérance angulaire un peu plus faible (13°) pour l'orientation S. Les orientations Cube et G sont présentes; leurs fractions volumiques évoluent régulièrement avec la tolérance angulaire. Les maxima sont observés pour une tolérance de 20° . Dans le cas de l'état LAF $\Delta = 90\%$, les maxima des fractions se situent autour de 15° pour les orientations Bs, S et C. Notons que si la fraction volumique associée à la composante G n'augmente pas avec le taux de déformation pour toute valeur de la tolérance angulaire, l'orientation Cube quant à elle se trouve réduite quasiment de moitié après déformation à $\Delta = 90\%$. Aucune composante de maillage associée aux cinq orientations idéales n'a été détectée à l'état déformé. Les valeurs de la fraction volumique pour ces cinq orientations idéales (pour une tolérance angulaire de 15° et 20°) sont comparées aux résultats de la DFG des FDO explicitée au paragraphe 3.3.1 (l'aire de la fonction gaussienne, associée à chacune des orientations principales est utilisée pour déterminer la valeur de la fraction volumique). Les fractions volumiques obtenues par les deux techniques EBSD/DRX sont

3. Une fraction volumique associée à une orientation donnée est obtenue par considération d'une tolérance angulaire autour d'une orientation majoritaire.

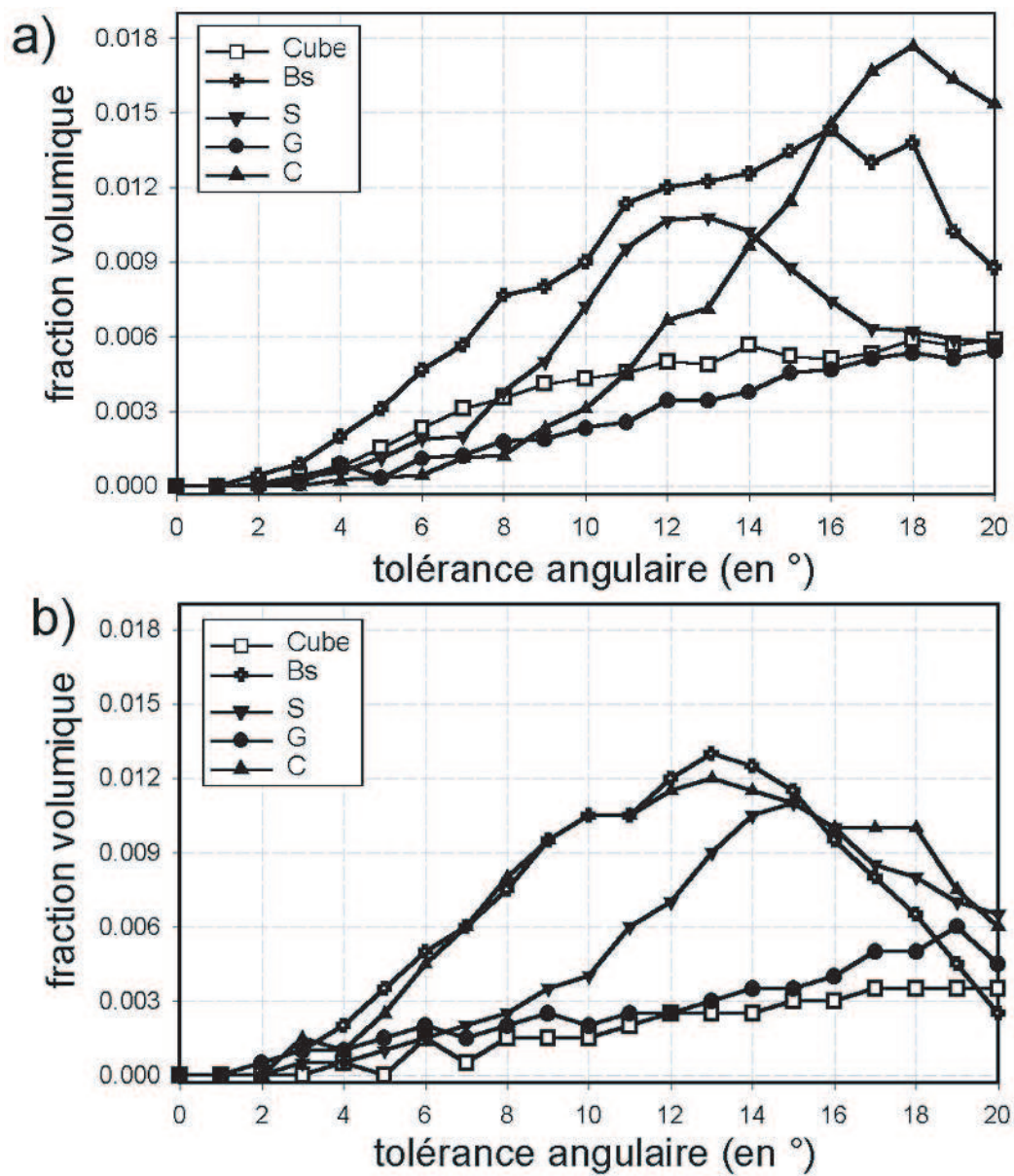


FIG. 3.23 – Evolutions des fractions volumiques, associées aux orientations idéales constituant la texture, en fonction de la tolérance angulaire. a) Cuivre LAF $\Delta = 70\%$. b) Cuivre LAF $\Delta = 90\%$.

Taux de LAF	Orientations idéales	EBSD		DRX (DFG des FDO)	
		$V_x (W_\theta=15^\circ)$	$V_x (W_\theta=20^\circ)$	V_x	$b / w_\theta (\text{en } ^\circ)$
Cu LAF $\Delta = 70 \%$	Bs	0,21	0,33	0,22	20 / 12
	S	0,21	0,31	0,21	20 / 12
	C	0,05	0,13	0,10	24 / 14
	G	0,03	0,05	0,27	19 / 11
	Cube	0,04	0,07	0,30	36 / 21
Cu LAF $\Delta = 90 \%$ (M_c)	Bs	0,15	0,19	0,27	16 / 10
	S	0,33	0,40	0,19	15 / 9
	C	0,28	0,32	0,34	15 / 9
	G	0,04	0,06	0,09	27 / 16
	Cube	0,01	0,02	0,10	30 / 18

TAB. 3.3: Fractions volumiques, associées aux cinq orientations principales, obtenues par mesure EBSD et par DFG des FDO.

différentes (cf. tableau 3.3), ceci étant relié à l'obtention d'une statistique et à l'utilisation d'une méthode de détermination de V_{x_i} qui diffèrent.

Etude quantitative axée sur l'indice de qualité q . Les distributions normalisées des indices de qualité issues des données EBSD après mesure sur les matériaux aux états LAF $\Delta = 70 \%$ et $\Delta = 90 \%$ sont représentées figure 3.24.

Les maxima de ces distributions sont situés tous deux aux alentours d'un indice q de valeur 50. Mais, une différence majeure existe et concerne les valeurs maximales que peut atteindre cet indice. Dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90 \%$, une valeur proche de 230 est atteinte, sachant que pour des valeurs de q supérieures ou égales à 200, les points mesurés correspondent majoritairement à l'orientation Cube. Notons cependant que pour des valeurs de q comprises entre 150 et 200, 0,62 % de points correspondent à l'orientation C après LAF $\Delta = 90 \%$ contre 0,35 % pour l'orientation Cube. A l'opposé, cette étude statistique a été réalisée pour les valeurs de q minimales (inférieures ou égales à 30). Elle permet de mettre en évidence une faible quantité de points d'orientation Cube associés à cette zone (estimée à 0,05 %). Les composantes Bs et C sont majoritaires avec des valeurs respectives de 0,40 et 0,42 % par rapport à l'ensemble des points de mesure.

Une étude prenant en compte une valeur moyenne d'indice de qualité q pour chacune des cinq orientations idéales par rapport à une certaine tolérance angulaire (comprise entre 0 et 20° inclus) a été appliquée pour les deux matériaux LAF $\Delta = 70 \%$ et $\Delta = 90 \%$ (figure 3.25).

Dans le cas du cuivre LAF $\Delta = 70 \%$, la tendance est la suivante: une uniformisation des indices de qualité moyens est clairement perçue pour l'ensemble des cinq orientations

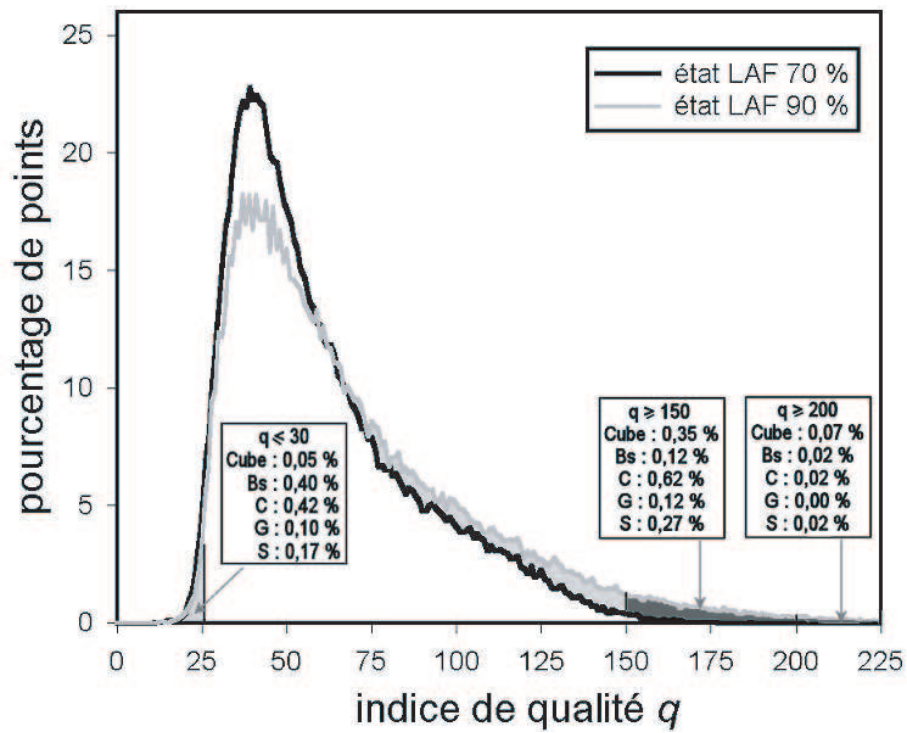


FIG. 3.24 – Distributions normalisées de l'indice de qualité q pour les états déformés LAF $\Delta = 70$ et $\Delta = 90$ % (orientations idéales prises pour une tolérance angulaire maximale de 15° , en pourcentage par rapport à l'ensemble des points de mesures).

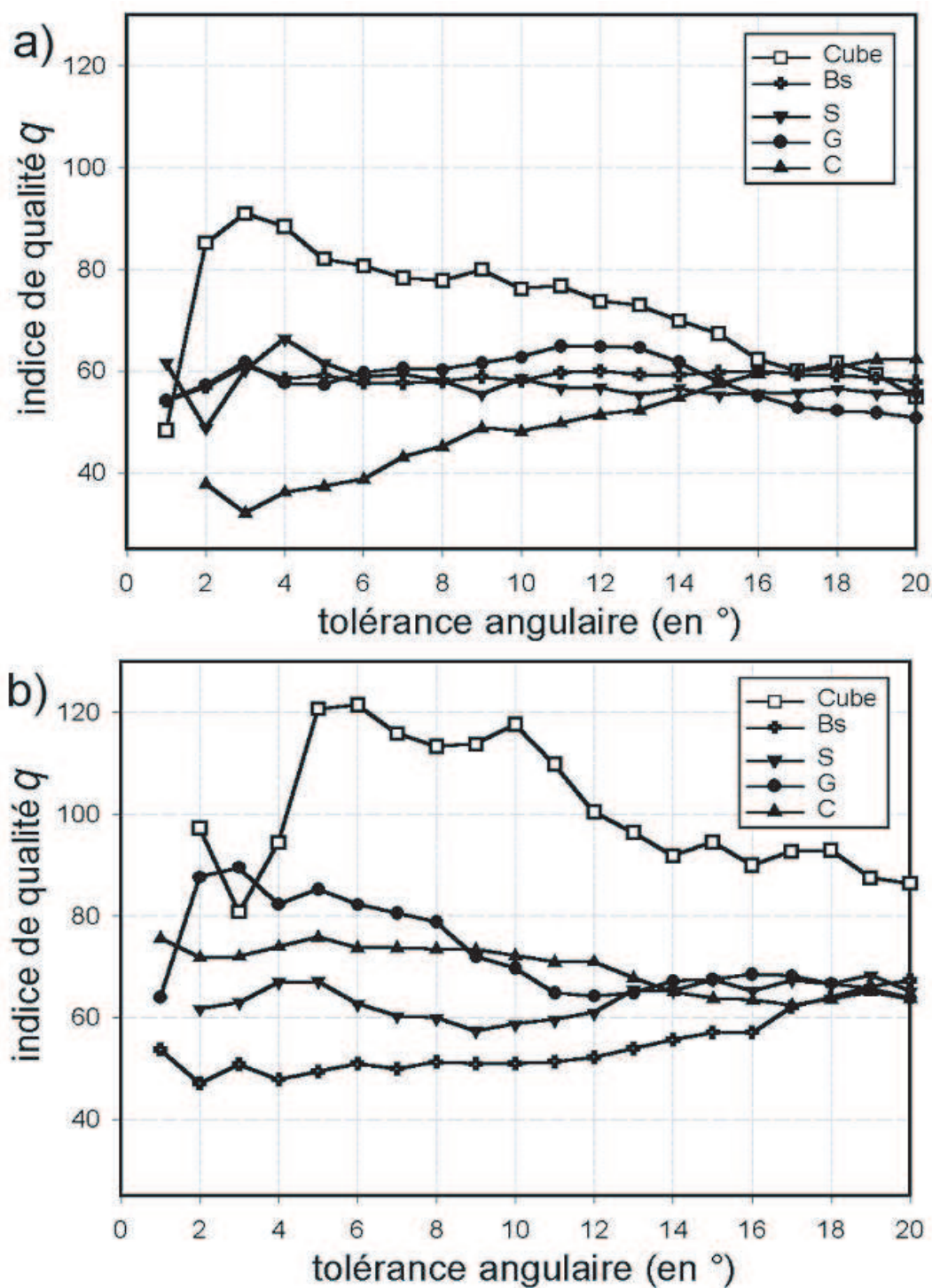


FIG. 3.25 – Evolutions de l'indice de qualité moyen en fonction de la tolérance angulaire imposée pour les cinq orientations idéales. a) Cuivre LAF $\Delta = 70 \%$. b) Cuivre LAF $\Delta = 90 \%$.

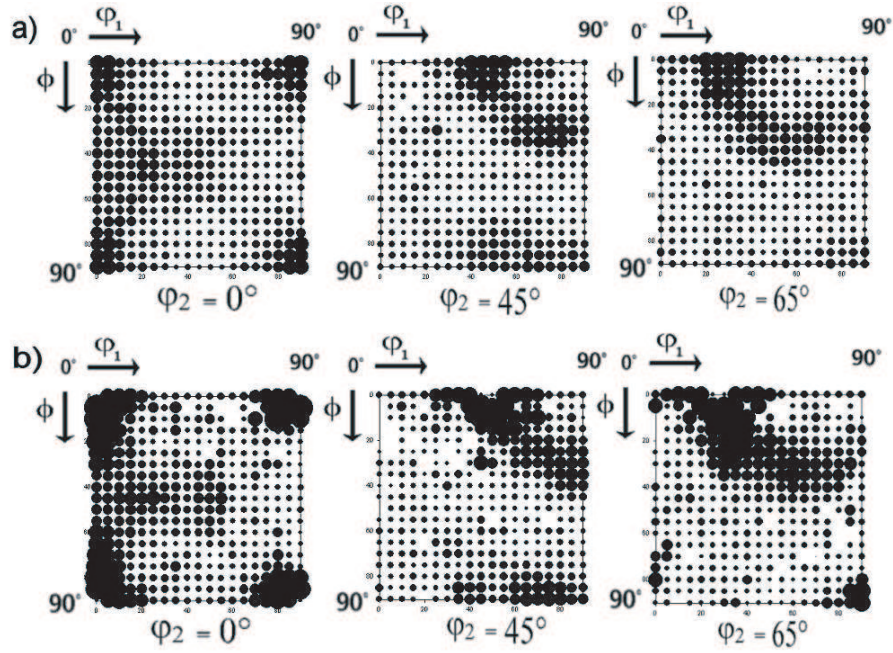


FIG. 3.26 – Sections à φ_2 constante ($0, 45$ et 65°) de FDQ. a) Cuivre LAF $\Delta = 70\%$. b) Cuivre LAF $\Delta = 90\%$.

considérées avec une augmentation de la tolérance angulaire. Pour une tolérance angulaire maximale de 20° , les valeurs moyennes fluctuent autour d'un indice moyen proche de 60. Cependant entre 0 et 10° , l'orientation Cube atteint un maximum proche de 90, tandis que l'orientation C est associée aux plus bas indices moyens (entre 35 et 40). Les autres orientations (Bs, S et G) ont des valeurs moyennes variant faiblement entre 50 et 65. Le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ est différent, puisque l'orientation Cube est associée à des indices moyens relativement élevés compris entre 80 et 120 (indices de qualité moyens supérieurs à ceux associés à la même orientation dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$). L'orientation Bs se situe à l'opposé avec des indices moyens assez bas (de l'ordre de 50). L'orientation C a des indices moyens supérieurs dans le matériau LAF $\Delta = 90\%$ (de l'ordre de 70). Ceci peut s'expliquer par la pluralité des populations des points proches de cette orientation, explicités lors de l'étude des distributions des indices de qualité pour les deux états LAF du cuivre. Les sections à φ_2 constante des FDQ associées aux états LAF $\Delta = 70\%$ et $\Delta = 90\%$ sont représentées à la figure 3.26. Dans les deux cas de LAF, les indices de q les plus élevés sont associés à l'orientation Cube, avec une désorientation pouvant aller jusqu'à 20° par rapport à la position idéale.

Etats partiellement et totalement recristallisés

Evolution de la microtexture au cours de la recristallisation. Les FDO après mesures des états déformé, partiellement recristallisé (50 % de recristallisation) et recristallisé

pour les deux états LAF $\Delta = 70\%$ et $\Delta = 90\%$ permettent de suivre les évolutions des orientations localement (figure 3.27). Une texture fortement dispersée est obtenue pour une valeur de $X_v = 0,5$ dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$, accompagnée par un renforcement de la composante Cube. Dans le cas du cuivre LAF $\Delta = 90\%$, pour une fraction recristallisée identique, l'orientation Cube se voit être consolidée de manière significative. Les orientations appartenant à la texture de déformation (Bs, S et C) voient leur poids diminuer d'un facteur trois aux positions des maxima. Après LAF $\Delta = 70\%$ et recristallisation, la microtexture ainsi calculée à partir de mesures EBSD est fortement dispersée (avec une valeur maximale de $f(g)$ dans le cas de la composante Cube), tandis qu'après déformation LAF $\Delta = 90\%$ et recristallisation, la composante Cube est majoritaire.

Etape de germination. Afin d'étudier précisément l'évolution de la microstructure au tout début de la recristallisation, une séparation entre les grains recristallisés et la matrice déformée a été effectuée dans les deux cas de LAF. Celle-ci est basée sur l'estimation de l'indice de qualité moyen par grain. Les figures 3.28 et 3.29 présentent les cartographies des orientations et sections des FDO à φ_2 constante ($0, 45$ et 65°) des matériaux LAF $\Delta = 70\%$ et $\Delta = 90\%$ pour les plans (DL, DT) et (DL, DN).

Il est observé dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$ selon les plans de laminage et transverse, en tout début de recristallisation, une germination intergranulaire se produisant majoritairement dans les zones de fortes hétérogénéités de déformation (désorientation locale particulièrement élevée). Cependant, un renforcement de la composante Cube est observé (dans les deux cas présentés, c'est-à-dire selon les plans (DL, DT) et (DL, DN)), mais pour des valeurs maximales de la texture comprises entre 5 et 15° par rapport à la position idéale. La composante Cube n'est pas la seule orientation à se développer durant l'étape de germination. En effet, d'autres orientations sont présentes à ce taux de recristallisation, tels que de nouveaux grains proches des composantes C et S (de plus faible poids par rapport à l'orientation Cube). Notons également l'émergence de nouvelles orientations, et en particulier la composante CubeM. Les cas observés ne permettent pas de tirer de conclusions générales concernant la ou les orientations de l'environnement dans lequel la germination prend place. En effet, l'ensemble des cartographies mesurées ne montre aucune tendance générale, puisqu'indépendamment ont été observées des germinations proches de grains d'orientation C, S ou Bs, voire proches de grains d'orientations très éloignées de ces orientations idéales. A ce taux avancé de la recristallisation, il n'est pas aisé d'établir de cinétique, c'est-à-dire d'ordre d'apparition de chacune des orientations au cours de la germination. Cependant, les coupes à φ_2 constante des FDO calculées à partir des mesures EBSD permettent de supposer que l'orientation Cube est la première à germer (maximum relié à cette composante). Le maclage est actif durant la recristallisation et entraîne la production de macles de troisième génération. Des études plus détaillées sur la séquence de germination permettent de mettre en avant le fait que le maclage n'est pas seulement actif sur la composante Cube. En effet, ce processus atteint l'ensemble des orientations en phase de germination/croissance, des germes/grains proches des orientations idéales (Bs,

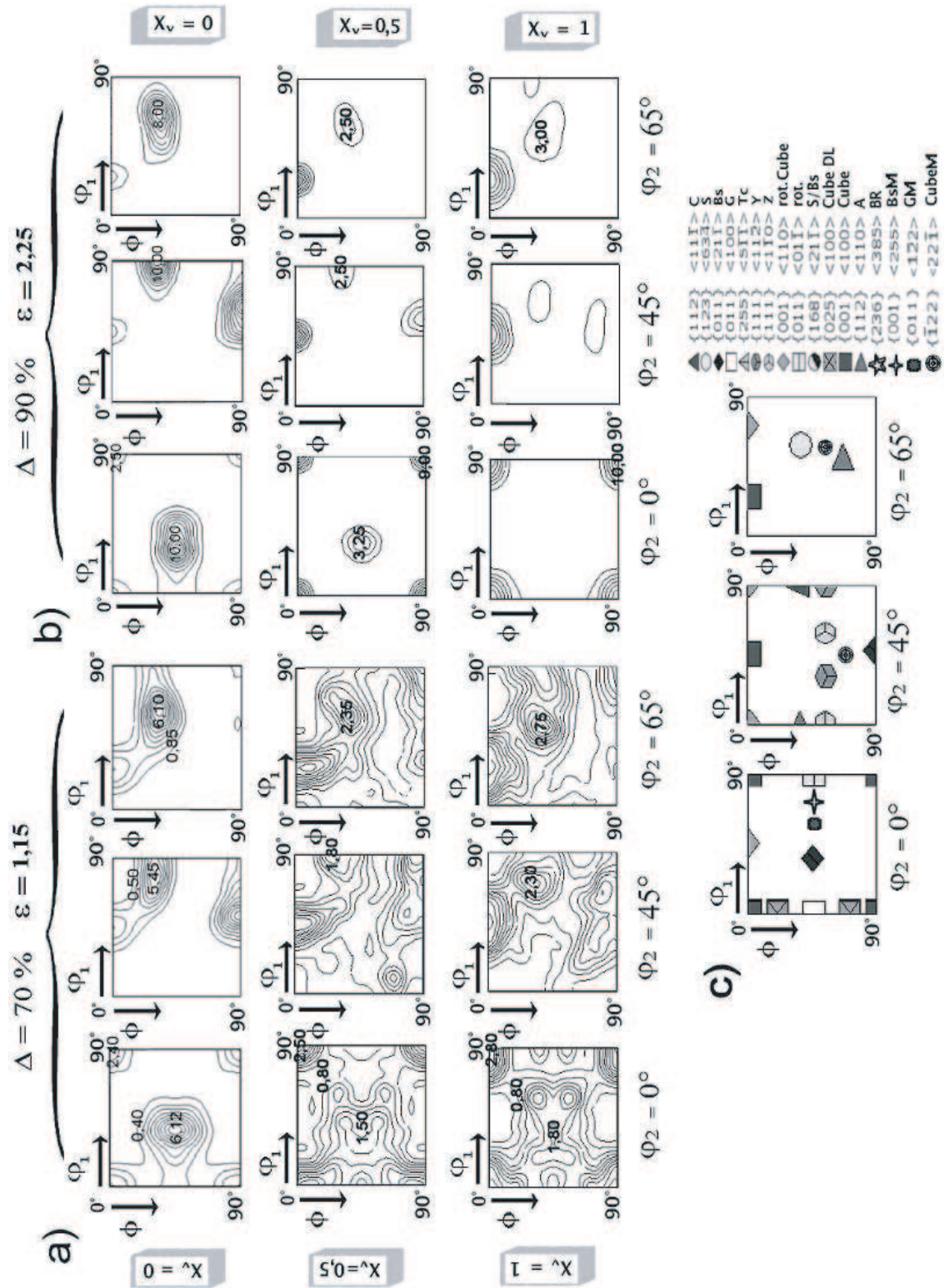


FIG. 3.27 – Sections à ϕ_2 constante (0, 45 et 65°) des FDO calculées à partir des données EBSD. a) Etat LAF $\Delta = 70\%$. b) Etat LAF $\Delta = 90\%$. c) Orientations idéales.

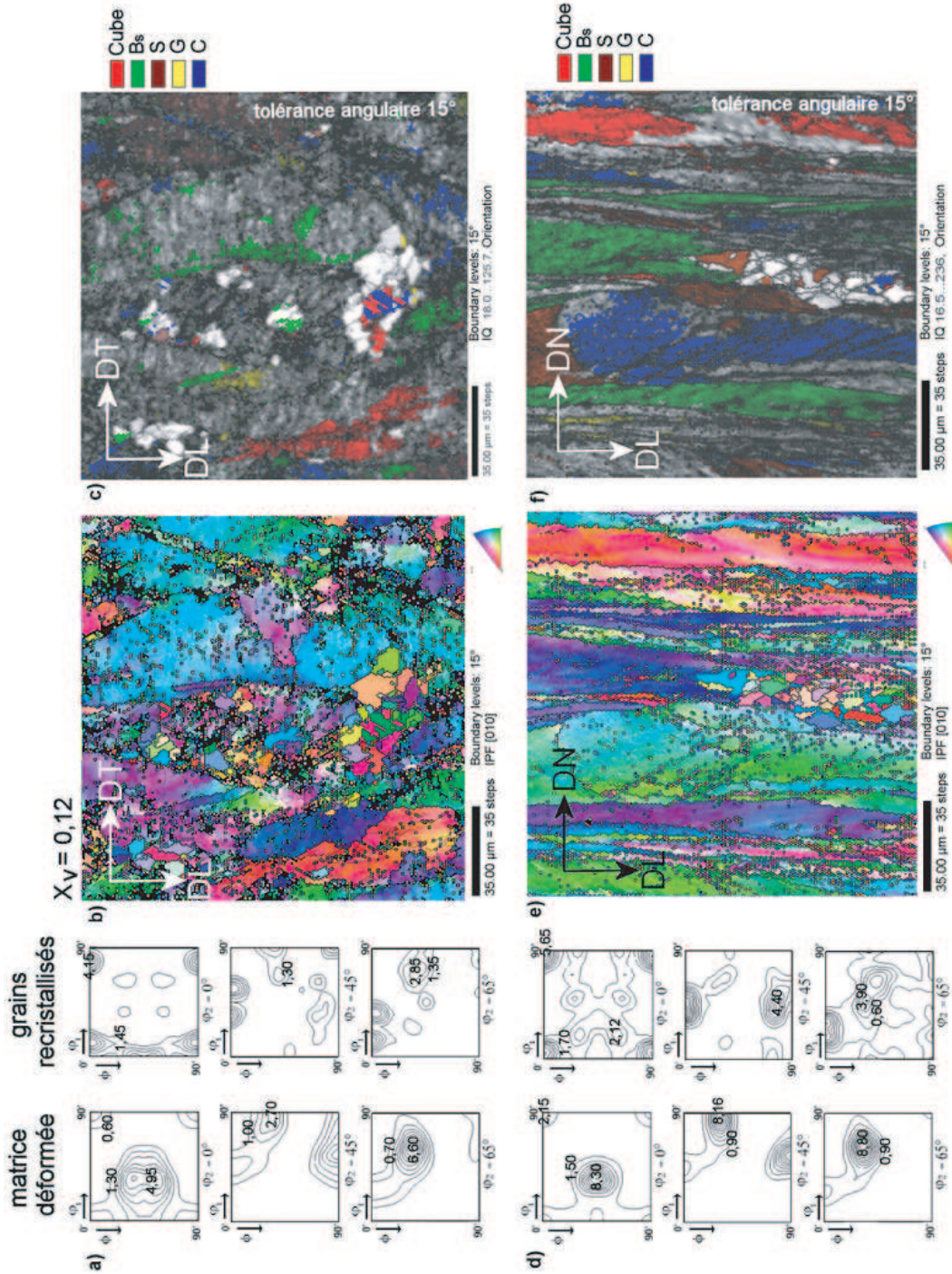


FIG. 3.28 – *Etat LAF* cuivre électrolytique $\Delta = 70\%$, partiellement recristallisé ($X_v = 0.12$). Mesures selon le plan (DL, DT). a) Coupes à φ_2 constante (0, 45 et 65°) des FDO pour les grains déformés et recristallisés. b) Cartographie d'orientations [010]. c) Représentation de l'indice q et des orientations idéales. Mesures selon le plan (DL, DN). d) Coupes à φ_2 constante (0, 45 et 65°) des FDO pour les grains déformés et recristallisés. e) Cartographie d'orientations [010]. f) Représentation de l'indice q et des orientations idéales.

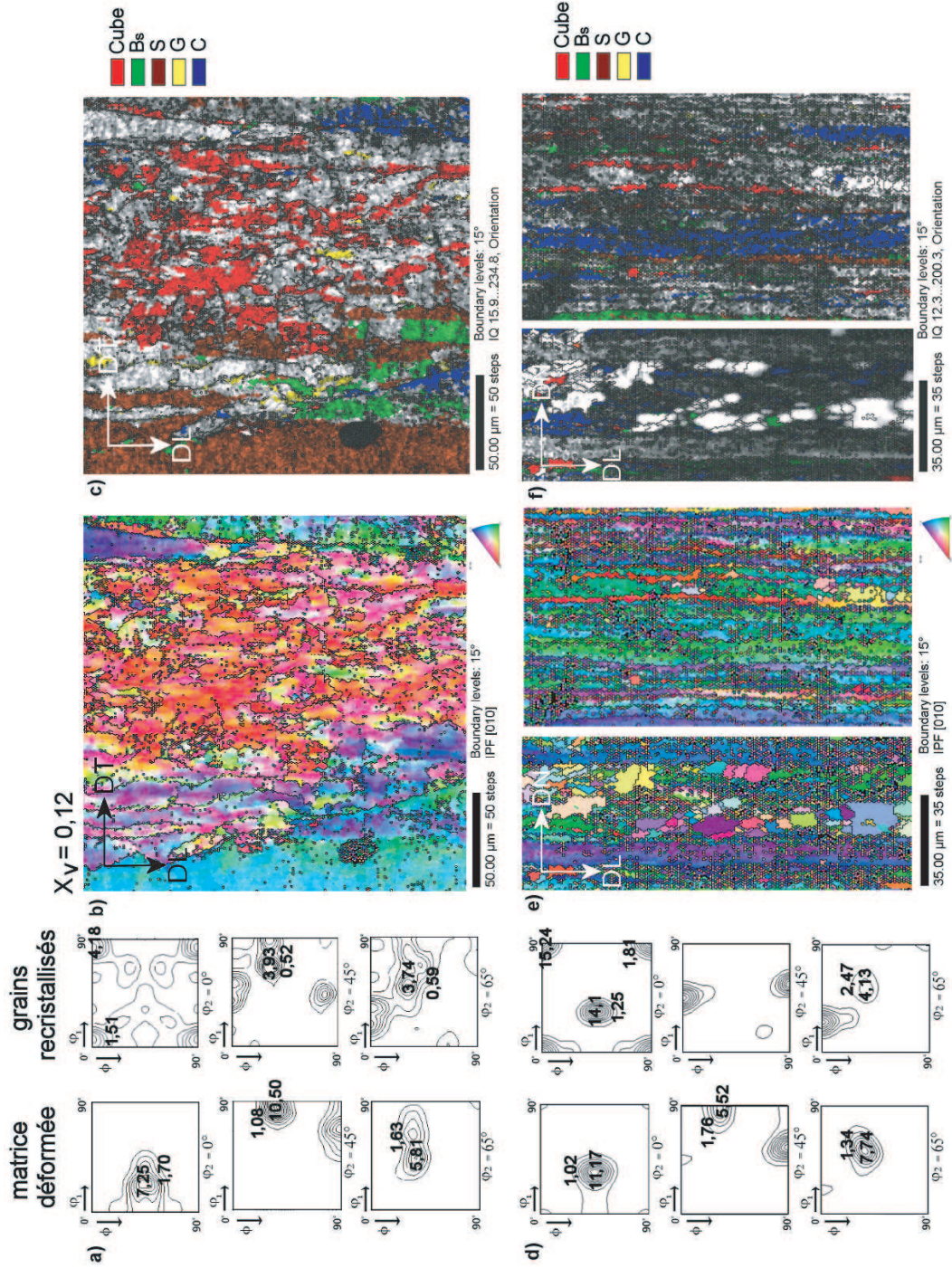


FIG. 3.29 – Etat LAF cuivre électrolytique $\Delta = 90\%$, partiellement recristallisé ($X_v = 0,12$). Mesures selon le plan (DL, DT). a) Coupes à ϕ_2 constante (0, 45 et 65°) des FDO pour les grains déformés et recristallisés. b) Cartographie d'orientations [010]. c) Représentation de l'indice q et des orientations idéales. Mesures selon le plan (DL, DN). d) Coupes à ϕ_2 constante (0, 45 et 65°) des FDO pour les grains déformés et recristallisés. e) Cartographie d'orientations [010]. f) Représentation de l'indice q et des orientations idéales.

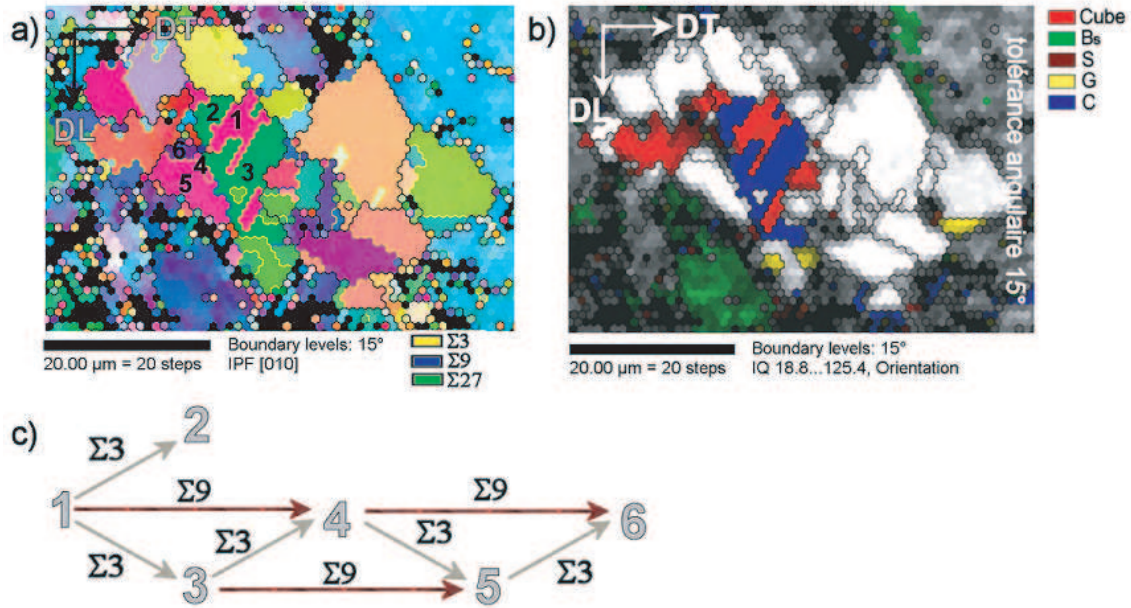


FIG. 3.30 – *Etat LAF cuivre électrolytique $\Delta = 70\%$, partiellement recristallisé. Mesures selon le plan (DL, DT). a) Cartographie d'orientations [010]. b) Représentation de l'indice q et des orientations idéales. c) Schéma de maillage.*

S, C et G) aux germes/grains d'orientations aléatoires (figure 3.30).

De façon schématique, une séquence de maillage⁴ est reproduite à la figure 3.30c. Elle conduit, par opérations de maillage successifs, à introduire de nouvelles orientations, partant de l'orientation Cube. Une troisième génération de macles est mise en évidence (relation de désorientation correspondant à des joints de grains $\Sigma 27$). Le maillage entraîne la formation de joints de grains peu mobiles, et freine le développement de l'orientation Cube au cours de la recristallisation.

Un processus autre se déroule en parallèle au tout début de la recristallisation. Il est facilement observable pour les grains de désorientation de l'ordre de 20° par rapport à la composante Cube (deuxième type de grains Cube décrits précédemment), pour lesquels une *restauration* a lieu, qui se traduit par une diminution de la désorientation intragranulaire (et donc une augmentation de la valeur de q moyen intragranulaire) et une augmentation de la fraction volumique de la composante Cube. Bien que ce processus de restauration ait lieu

4. Nous supposons bien entendu que le point de départ de cette suite est l'orientation Cube; mais il pourrait en être tout autrement puisque que l'orientation CubeM pourrait mailler et donner l'orientation Cube elle-même. Mais, l'orientation CubeM n'ayant pas été détectée à l'état déformé, l'hypothèse est faite que, dans un premier temps, seule la Cube donne naissance par maillage à l'orientation CubeM et non l'inverse.

au sein de ces grains, aucune germination n'y prend place en tout début de recristallisation (figures 3.28e et f).

Dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ (M_C), nous voyons que l'orientation Cube, comme dans le cas précédent, ne domine pas l'étape de germination, puisque d'autres orientations se développent dans le même temps. Deux phénomènes parallèles se déroulent en effet au tout début de la recristallisation. De même que dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$, une germination intergranulaire provoque l'apparition de grains d'orientations Cube et Bs principalement, mais également des grains proches des composantes C et S (cf. figure 3.29d, e et f) se développent dans la direction de laminage; après maclage, la croissance des germes C et S ne semble pouvoir se faire selon la direction normale. Tandis que dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$ la germination de grains désorientés par rapport à l'orientation Cube est fréquemment observée en tout début de recristallisation; dans le cas du LAF $\Delta = 90\%$, l'orientation proche de Cube (de l'ordre de 10°) se développe majoritairement. Pour une fraction recristallisée de l'ordre de 0,12, les sections des FDO montrent pour cet état des maxima reliés aux orientations proches de Cube, Bs et CubeM. La figure 3.31 présente trois cas de germination pour lesquels un suivi du processus de maclage est effectué. Les grains 2 (d'orientation CubeM) et 3 (d'orientation Cube) sont supposés être issus respectivement d'un processus de maclage premier ($\sum 3$) et d'un processus de re-maclage. Partant du grain 1' (10° de désorientation par rapport à l'orientation Cube), une troisième génération de macles est obtenue ($5'$), produisant une faible quantité de joints $\sum 9$ ($2'/5'$). Enfin, le troisième cas explicité pour lequel le maclage affecte un grain d'orientation aléatoire germant, conduisant à une troisième génération de macle avec en parallèle un mécanisme de re-maclage ($4/5$). Proches de grains d'orientations C et S, Les bandes de transition de type Cube conduisent par une restauration rapide en tout début de la recristallisation à la germination de l'orientation Cube, se développant tout d'abord selon DL, puis selon DN. Les observations selon le plan de laminage montrent que le développement de ces "amas" de type Cube se fait également selon DT.

Etape de germination/croissance. Les sections à φ_2 constante des FDO calculées séparément pour les grains déformés et recristallisés permettent de suivre l'évolution de la microtexture pour une fraction recristallisée variant de 0 à 1. Comme nous l'avons vu, la germination est dominée dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$ par l'orientation désorientée (plus de 15°) par rapport à l'orientation Cube (figure 3.32). Cependant, l'étape de germination/croissance conduit à une baisse d'intensité de la composante Cube, puisque pour une fraction recristallisée de l'ordre de $X_v = 0,6$, les sections des FDO relatives aux grains recristallisés montrent que la distribution est relativement dispersée dans l'espace des angles d'Euler, ce qui est dû en partie au processus de maclage multiple qui conduit à une uniformisation de la texture (nous pouvons noter en particulier la présence des orientations reliées au processus de maclage de première génération, telles que CubeM, BsM et GM). Pour une fraction recristallisée de l'ordre de $X_v = 0,75$, la matrice déformée est constituée majoritairement par les orientations Cube et Bs. En fin de recristallisation, la texture garde

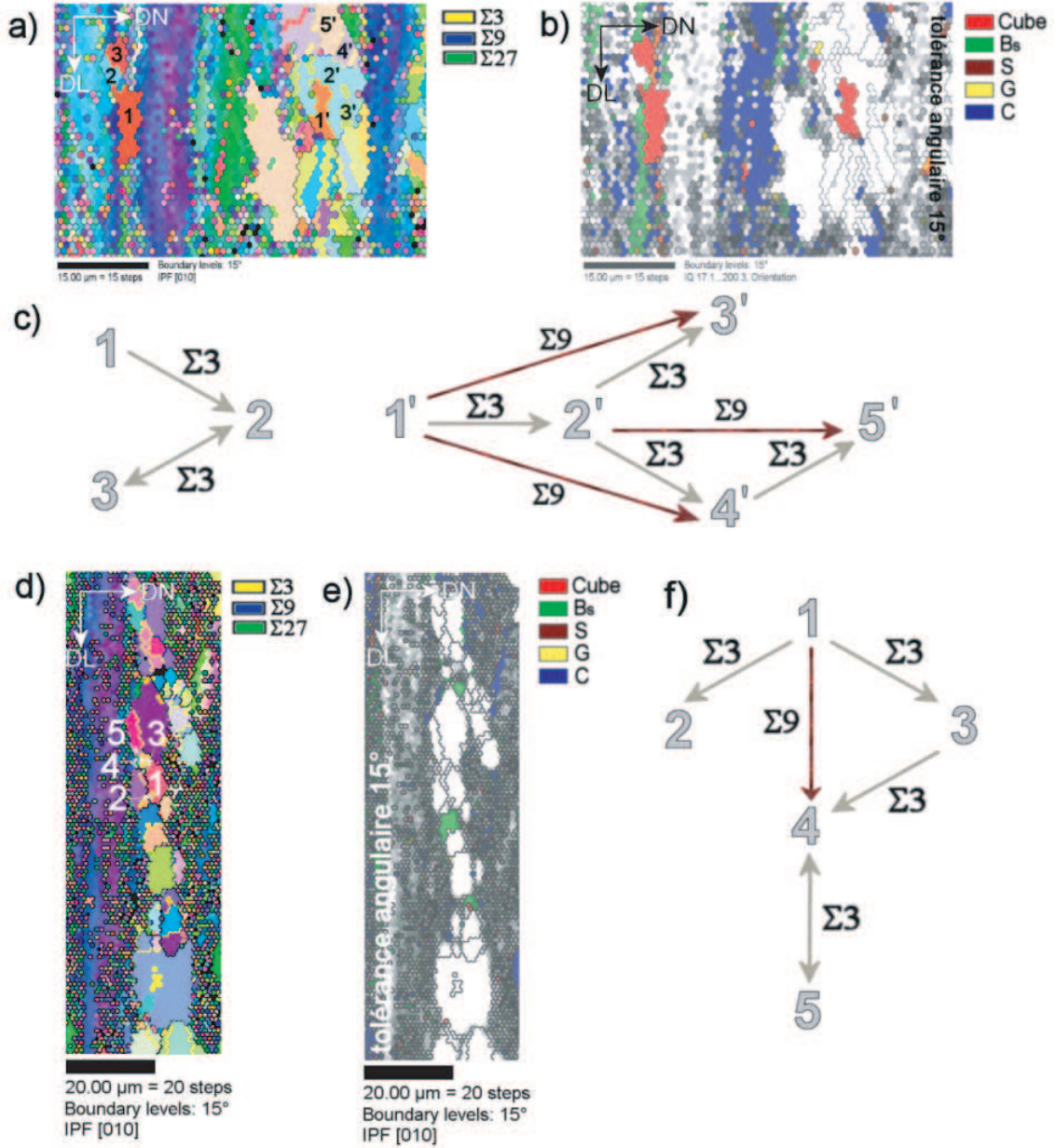


FIG. 3.31 – *Etat LAF cuivre électrolytique $\Delta = 90$ %, partiellement recristallisé. Mesures selon le plan (DL, DN). a), d) Cartographies d'orientations [010]. b), e) Représentations de l'indice q et des orientations idéales. c), f) Schémas de maillage.*

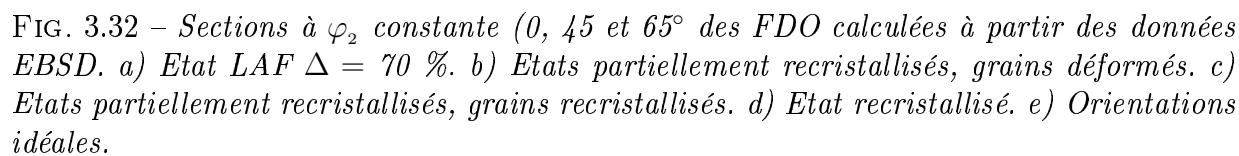
son caractère de forte dispersion des orientations autour de chacune des positions des cinq orientations idéales constituant la texture de déformation, ainsi que les orientations issues du maillage.

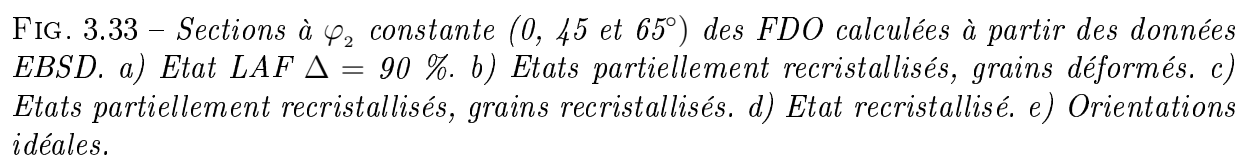
Dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$, deux états partiellement recristallisés sont représentés par leurs coupes à φ_2 constante des FDO (figures 3.33b et c). Les FDO des grains déformés et recristallisés pour l'étape de germination ($X_v = 0,05$) sont comparées aux FDO en fin de processus de recristallisation ($X_v = 0,85$). Dans ce cas précis, l'orientation Cube domine les étapes de germination et de croissance; après une germination au sein des bandes de transition, les grains d'orientation Cube s'imposent en fin de processus pour dominer totalement la texture, le processus de recristallisation terminé. La haute fréquence de germination associée à la composante Cube, ainsi que le taux de croissance élevé lui permet de constituer majoritairement la texture de recristallisation, qui est toutefois constituée d'une relativement faible quantité de matériau d'orientation CubeM.

Dans le cas du cuivre LAF $\Delta = 70\%$, les cartographies d'orientations accompagnées des cartographies des indices de qualité avec détection des orientations idéales pour une tolérance angulaire de 15° permettent de suivre l'évolution de la microstructure au cours de la recristallisation, pour une fraction volumique variant de 0,5 à 1 (figure 3.34).

Pour une valeur de X_v comprise entre 0,51 et 0,75 (figure 3.34a et b), la germination, suivie d'une croissance de vitesse différente suivant l'orientation des grains et de leur environnement conduisent à une distribution hétérogène de la microstructure en termes de distribution des orientations locales et de distribution de la taille des grains (distribution granulaire non-homogène, polymorphique, figure 3.35), avec des diamètres de grains variant entre 1 et $35\ \mu\text{m}$. Une quantité importante de grains de faible diamètre (inférieur à $10\ \mu\text{m}$) est observée.

Nous notons également pour ces deux taux de recristallisation avancée, une présence non-négligeable de grains d'orientation issue du processus de maillage. Le cas de la figure 3.34a est typique et permet de rendre compte du devenir des grains d'orientation Cube de taille importante (cf. paragraphe 3.4.1 traitant des deux types de population de grains d'orientation Cube observés à l'état déformé LAF $\Delta = 70\%$). Si il est vrai qu'une restauration a lieu au sein même de ces grains, une germination, puis une croissance de grains d'autres orientations tendent à faire disparaître en fin de recristallisation ces "amas" stabilisés en début de processus. Il en est de même pour les grains d'orientation proche de l'orientation Bs. La figure 3.34b montre en effet qu'au sein de la matrice déformée, un grain relativement stable (dû à la très faible désorientation qui le caractérise) proche de la composante Bs est sujet à une germination/croissance avancée intergranulaire, entraînant inévitablement sa disparition. Nous pouvons supposer que le processus de restauration à l'intérieur même de ces grains Bs au cours de la recristallisation a une cinétique bien plus lente, puisque non-observée au tout début. Une distribution plus homogène en terme de taille de grains est obtenue en fin de recristallisation (des grains équiaxes constituent la microstructure finale). Cependant, une forte distribution des orientations locales avec une faible quantité de grains d'orientations proches des cinq composantes idéales consti-





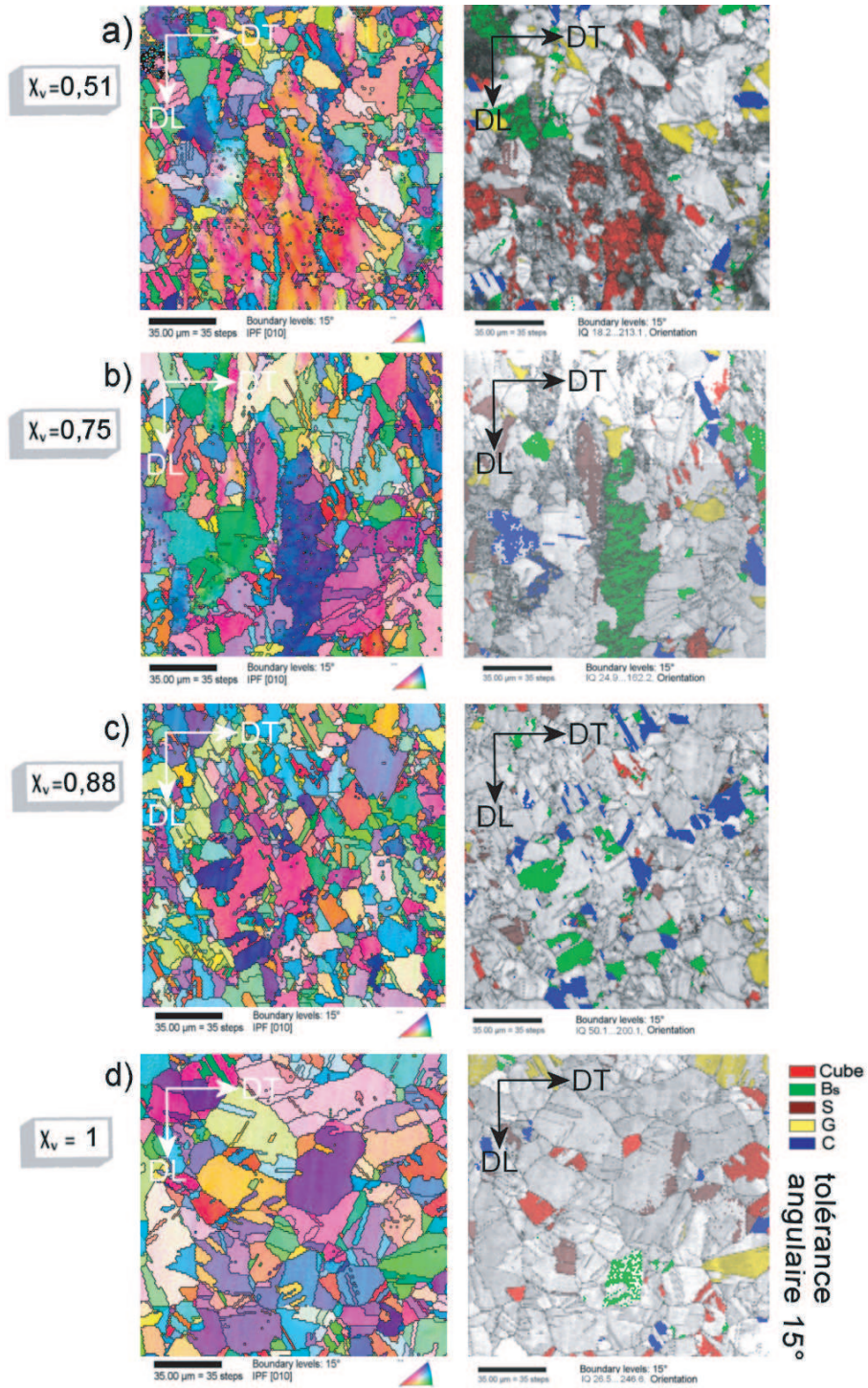


FIG. 3.34 – Etat LAF $\Delta = 70$ % cuivre électrolytique, états partiellement recristallisés et recristallisé; cartographies des orientations selon [010] et représentations de l'indice q et des orientations idéales.

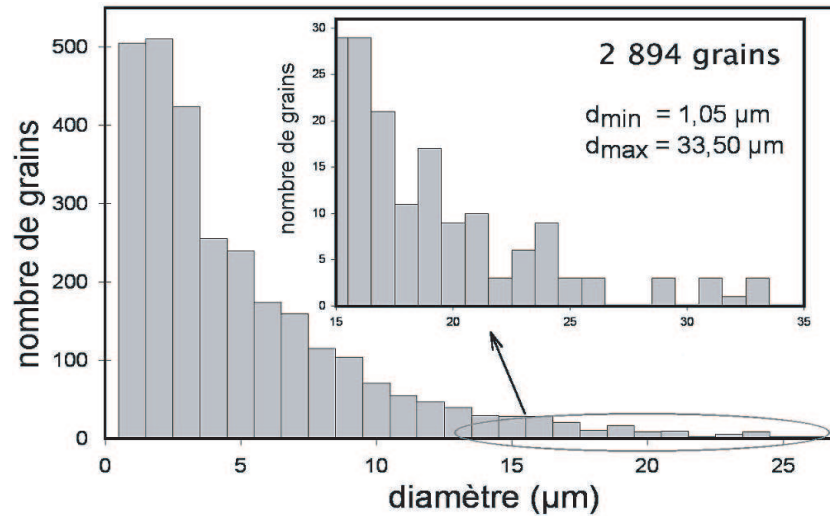


FIG. 3.35 – *Distribution de la taille des grains (diamètre en μm) dans le cas du cuivre LAF $\Delta = 70\%$, recristallisé.*

tuant majoritairement la texture de déformation est obtenue en fin de recristallisation. Les composantes de macles, présentes en quantité non-négligeable, contribuent fortement à disperser la texture de recristallisation. Si nous nous référons à la figure 3.36, la production de joints de macles (en particulier $\sum 3$) au cours de la recristallisation s'accélère (elle suit en fait la cinétique de recristallisation de ce matériau) pour atteindre une valeur cumulée ($\sum 3 + \sum 9 + \sum 27$) de l'ordre de 0,65 (valeur représentant la fraction surfacique des joints considérés par rapport à l'ensemble des joints pour des angles compris entre 5 et 80°).

Dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ (M_c), la cinétique de recristallisation étant particulièrement rapide, il est difficile d'effectuer un suivi de la microstructure par EBSD après recuits interrompus aussi précis que dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$. Cependant, les cartographies des orientations en fin de recristallisation (entre 75 et 100 % inclus) laissent supposer un tout autre comportement du matériau lors du recuit. En particulier, une croissance exagérée de certains grains pour certaines orientations seulement, telles que les composantes C et Cube (figures 3.37a et b), est observée avant annihilation de la totalité de la matrice déformée provoquant l'apparition d'une pluralité de tailles de grains beaucoup plus marquée que dans le cas du cuivre LAF $\Delta = 70\%$ recristallisé (figure 3.38).

Bien que l'étape de germination ne soit pas favorable à l'orientation Cube dans le cas d'une germination intergranulaire (rappelons que la germination rapide de l'orientation Cube est ensuite accompagnée par celle de la majorité des autres orientations présentes au sein de la microstructure déformée), l'étape de croissance quant à elle permet son renforcement. A l'état recristallisé, l'orientation Cube est majoritaire, mais pas unique. En effet, en plus faible nombre sont comptabilisés des grains proches des orientations Bs, S, C et G, ainsi que des grains d'orientations aléatoires. Le maillage est peu actif au cours

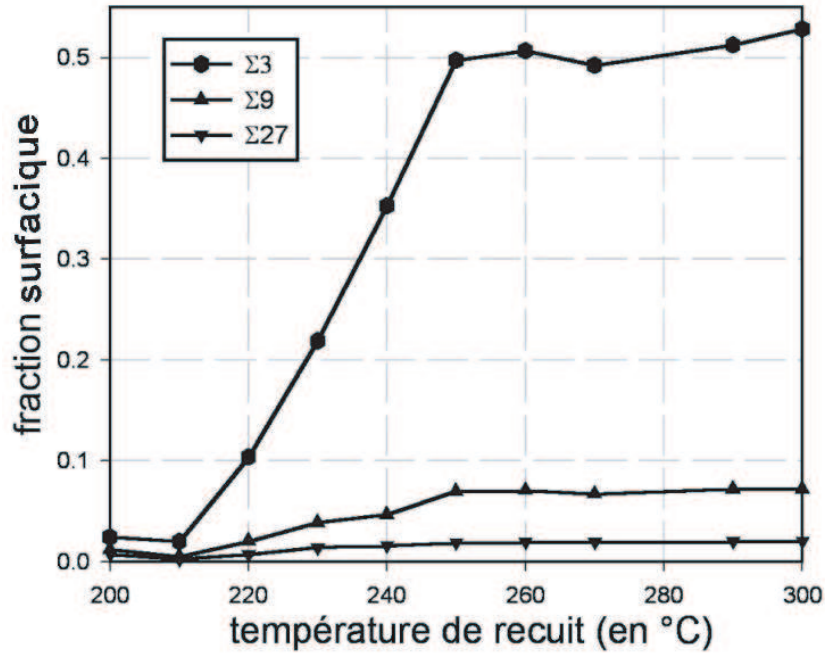


FIG. 3.36 – *Evolutions des fractions surfaciques en fonction de la température de recuit pour les joints de grains de types $\Sigma 3$, $\Sigma 9$ et $\Sigma 27$, dans le cas du cuivre LAF $\Delta = 70$ %.*

de la recristallisation, car seuls des grains issus d'un processus de maclage de première génération sont recensés en fin de processus. Nous distinguons en particulier une quantité non-nulle de grains proches de l'orientation CubeM.

Une étude de l'évolution des fractions volumiques en fonction du taux de déformation de chacune des cinq orientations idéales avec ajout de deux composantes reliées au maclage (une de ces deux composantes relie les deux orientations BsM et GM) après LAF et recristallisation permet de rendre compte de l'influence de l'état d'écrouissage sur la texture finale (figure 3.39).

En particulier, nous mettons en avant l'extraordinaire accroissement de la fraction volumique reliée à la composante Cube, passant de 0,03 à 0,34 pour des valeurs du taux de déformation variant entre $\varepsilon = 1,2$ et $3,87$, déjà mis en avant après étude de la DFG des FDO obtenues par mesures des textures par diffraction X (cf. paragraphe 3.3.1). L'évolution avec le taux de déformation de fractions volumiques des orientations issues du processus de maclage est mise en évidence par EBSD (les textures globales ne permettent pas de les mettre en évidence). Le maclage est actif pendant la recristallisation indépendamment du taux de réduction et, pour la première génération tout au moins, conduit à de faibles valeurs des fractions volumiques, n'excédant pas 0,05 (cas de la composante CubeM après LAF $\Delta = 98$ % et recristallisation). Nous pouvons d'ores et déjà supposer au vu des variations peu prononcées de V_x (des valeurs relativement constantes et particulièrement faibles) associées aux orientations Bs, G et C, et dans une moindre mesure l'orientation S, que le renfor-

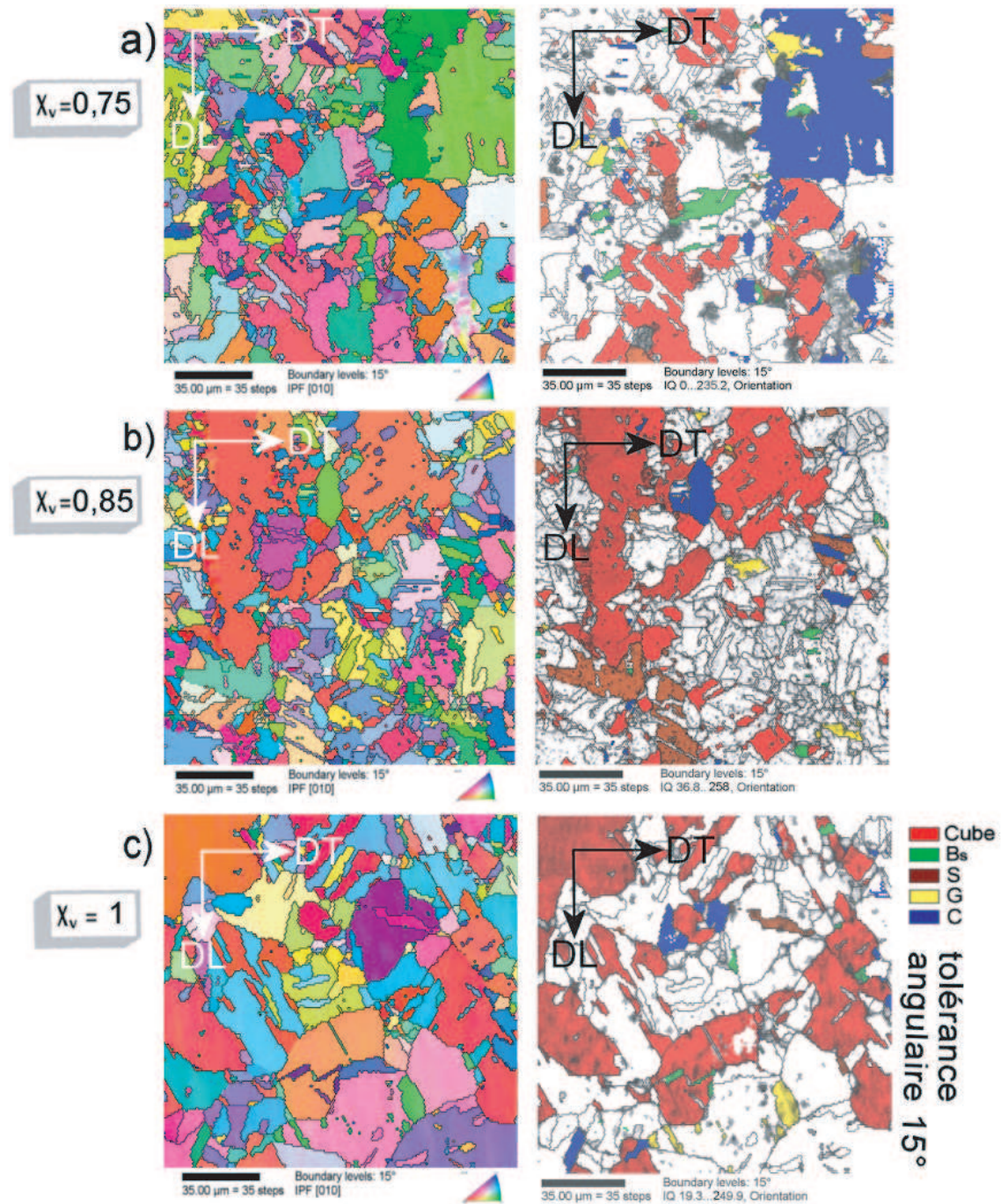


FIG. 3.37 – Etat LAF $\Delta = 90$ % cuivre électrolytique, états partiellement recristallisés et recristallisé. Cartographies des orientations selon $[010]$ et représentations de l'indice q et des orientations idéales.

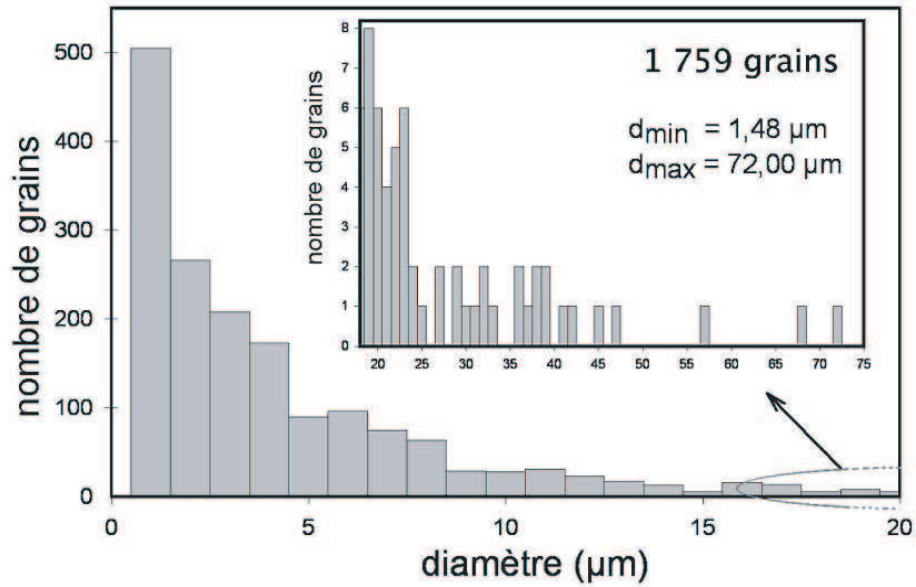


FIG. 3.38 – Distribution de la taille des grains (diamètre en μm) dans le cas du cuivre LAF $\Delta = 90 \%$, recristallisé.

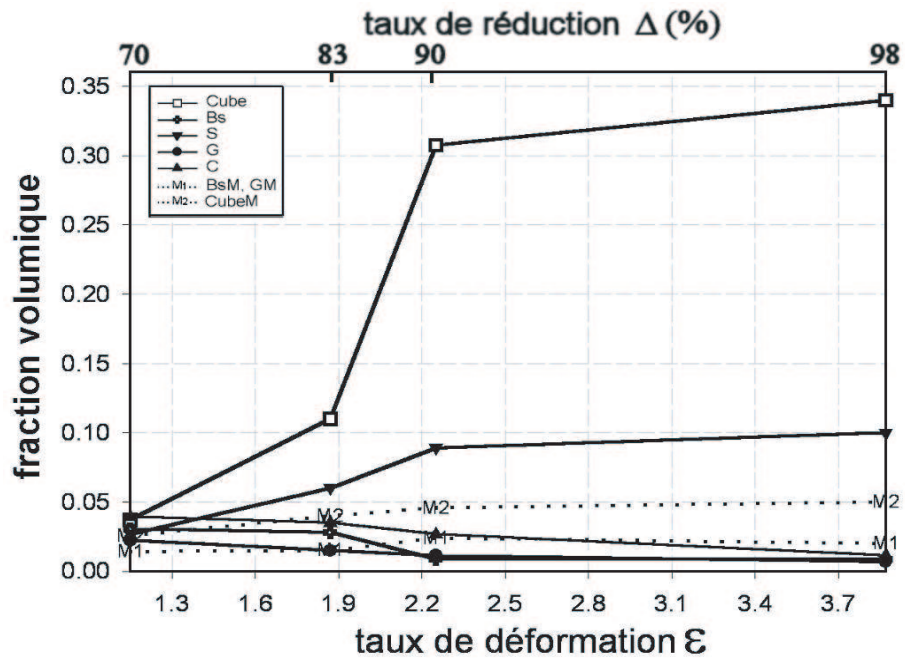


FIG. 3.39 – Evolutions des fractions volumiques après recristallisation des orientations idéales et orientations de macles en fonction du taux de déformation ϵ .

cement de la texture de recristallisation Cube ne s'accomplit pas avec une perte de poids des composantes citées, mais avec une diminution, voire une quasi-disparition du caractère dispersé de la texture.

Remarques:

Les figures 3.32 et 3.33 montrent au début de la recristallisation ($X_v=0,03$ et $X_v=0,05$) un développement d'orientations diverses. En particulier, l'orientation Bs est produite pour les deux taux de LAF $\Delta = 70 \%$ et $\Delta = 90 \%$. Il semble que son potentiel combiné germination/croissance lui permette de se développer plus rapidement lors de l'étape de germination. La disparition en dernier lieu de cette orientation dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70 \%$ montre que son comportement pourrait être proche de l'orientation Cube. Une restauration tardive est observée pour des grains déformés en fin de recristallisation (cf. figure 3.34b). Cette stabilisation n'entraîne aucune germination, ce qui est dû à un effet géométrique.

Recuits *in-situ*

Cette approche a été appliquée à l'ensemble des matériaux cuivre, et permet de confirmer certaines des observations effectuées après mesures sur des états recuits de manière interrompue. Cependant, seuls les résultats majeurs rendant possible la comparaison entre les deux matériaux LAF $\Delta = 90 \%$ issus des deux méthodes explicitées, sont présentés compendieusement.

La comparaison des états initiaux LAF $\Delta = 90 \%$ permet de comprendre comment en particulier, la texture initiale d'une part, et plus encore la microstructure d'autre part, sont essentielles et conditionnent la texture de recristallisation. Avant de rentrer dans les détails des mécanismes observés dans les deux cas, une approche des orientations locales aux états initiaux et finaux est nécessaire. A partir de données EBSD, le matériau LAF $\Delta = 90 \%$ M_C a été étudié de manière complète dans les paragraphes précédents. Cependant, soulignons le fait qu'un palier en température a été atteint, température pour laquelle la recristallisation a été stoppée. Le processus a été réinitialisé par une montée en température importante (de l'ordre de 30 à 40°C), la recristallisation ayant pris fin pour cette dernière. Par la suite, toute montée en température associée à un temps plus long de recuit n'a eu aucune influence sur l'évolution de la microstructure. La figure 3.40 illustre le comportement du matériau. La microstructure relativement marquée (texture locale de type fibre- β) donne naissance par un mécanisme de germination "multiple" à une microstructure dispersée, avec tout de même un maximum pour $f(g)$ relié à l'orientation Cube. L'étape de croissance permet à l'orientation Cube de dominer la texture de recristallisation. D'autre part, nous observons également une germination et une croissance rapides de l'orientation Cube au sein de bandes de transition, déjà mises en avant dans le paragraphe précédent.

Si les textures globales mesurées par diffraction X ne montraient aucune différence majeure, les microstructures mesurées par EBSD par contre présentent des dissemblances importantes pouvant avoir une influence, comme nous allons le voir, sur les mécanismes

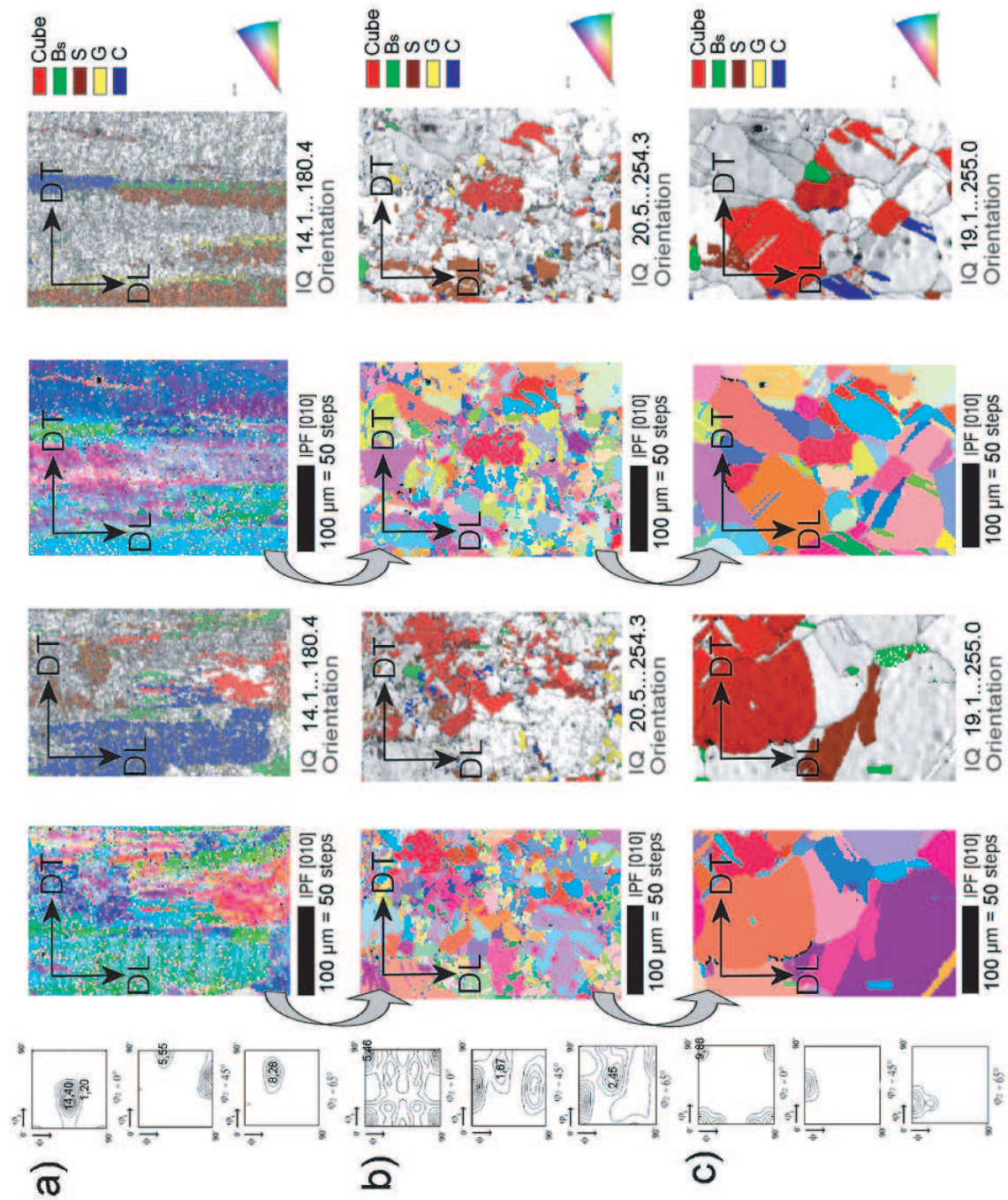


FIG. 3.40 – Etat LAF $\Delta = 90\%$ M_C cuivre électrolytique, recuit in-situ. Coupes à φ_2 constante (0° , 45° et 65°) des FDO, cartographies d'orientations $[010]$ et représentations de l'indice q et des orientations idéales. Mesures selon le plan (DL, DT). a) Etat déformé. b) Etat partiellement recristallisé. c) Etat recristallisé.

régissant le processus de recristallisation (figure 3.41).

En particulier à l'état déformé LAF $\Delta = 90\%$ M_S , la texture calculée à partir des mesures locales est constituée principalement par les orientations Bs, S et C, mais avec des valeurs de $f(g)$ pour l'orientation Cube plus importantes que dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ M_C . La microstructure présente des grains de taille plus faible et plus fragmentés (associés à une désorientation intragranulaire plus élevée). La seconde particularité est reliée à l'examen de zones de taille élevée (de l'ordre de $100 * 20 \mu m^2$ en surface), de désorientation intragranulaire faible (inférieure à 1°) et d'orientation proche de la composante Cube (autour de 15° maximum). Ces grains ont des indices de qualité élevés (q variant de 19,9 à 208,6, les plus hautes valeurs étant reliées à ces structures décrites), laissant supposer qu'une restauration, voire une recristallisation *dynamique* aient pu avoir lieu au sein de la matrice déformée. Pour les deux zones explicitées figure 3.41, la recristallisation conduit à la formation d'une texture de recristallisation de type Cube et à une microstructure assimilée à une "matrice" recristallisée d'orientation dominante Cube.

Le suivi de la recristallisation dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ M_C (figure 3.42⁵), montre en premier lieu une germination intergranulaire proche des grains S et C, ainsi qu'au joint de grains C/bande de transition Cube (caractérisée par une désorientation de l'ordre de 20°). Mais, également, nous voyons une germination intragranulaire au sein d'un grain d'orientation C. Le processus entraîne tout d'abord la disparition des grains d'orientation S et C (figure 3.42b et c), puis, la germination s'étend à l'ensemble de la microstructure pour laquelle il a été observé également une croissance des germes aux joints de grains.

En fin de première étape de recristallisation, l'orientation Cube est présente mais en faible quantité, puisque des grains de faible taille sont observés. Les autres orientations principales de la texture de déformation sont présentes (en particulier l'orientation G), mais en plus faible nombre que la composante Cube. Une croissance de certains des grains d'orientation Cube est provoquée par une augmentation de la température de recuit. Elle permet à l'orientation Cube de dominer clairement la texture de recristallisation, mais toujours avec une microstructure à l'état recristallisé composée d'autres orientations en plus faibles nombre et poids (figure 3.43). Leur influence est cependant mineure voir nulle sur la texture globale ainsi obtenue après recristallisation.

Le recuit *in-situ* dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ M_S montre une cinétique rapide et unique de germination de l'orientation Cube. Cette dernière commence en différentes régions de la zone d'observation (figure 3.44b), à l'exception des zones restaurées/recristallisées Cube, pour lesquelles une croissance est générée après un temps d'incubation plus long. La recristallisation se déroule par la suite au travers de la croissance des différents nouveaux grains Cube, entraînant une microstructure composée essentiellement (à 0,99 en terme de fraction volumique) de matériau orienté Cube (la dispersion autour de la position idéale ne dépassant pas quelques degrés). Les zones d'orientation Cube venant

5. Sur chacune des cartographies issues de l'imagerie effectuée au cours d'essais *in-situ* est reportée une représentation des joints de grains (entre 5 et 80°) obtenus par technique d'EBS sur l'état déformé.

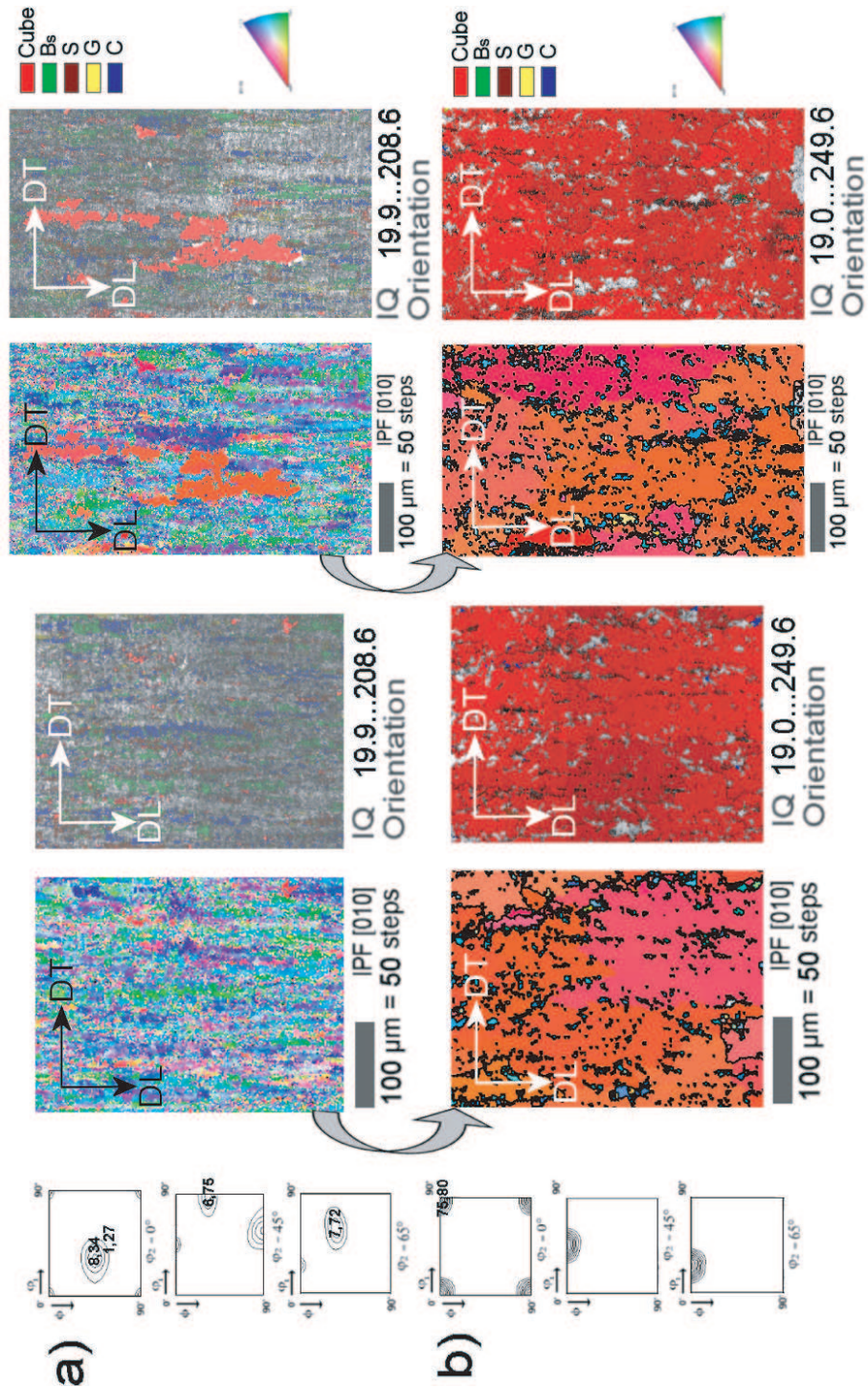


FIG. 3.41 – Etat LAF $\Delta = 90\%$ M_S cuivre électrolytique, recuit *in-situ*. Coupes à φ_2 constante (0° , 45° et 65°) des FDO, cartographies d'orientations $[010]$ et représentations de l'indice q et des orientations idéales. Mesures selon le plan (DL, DT). a) Etat déformé. b) Etat recristallisé.

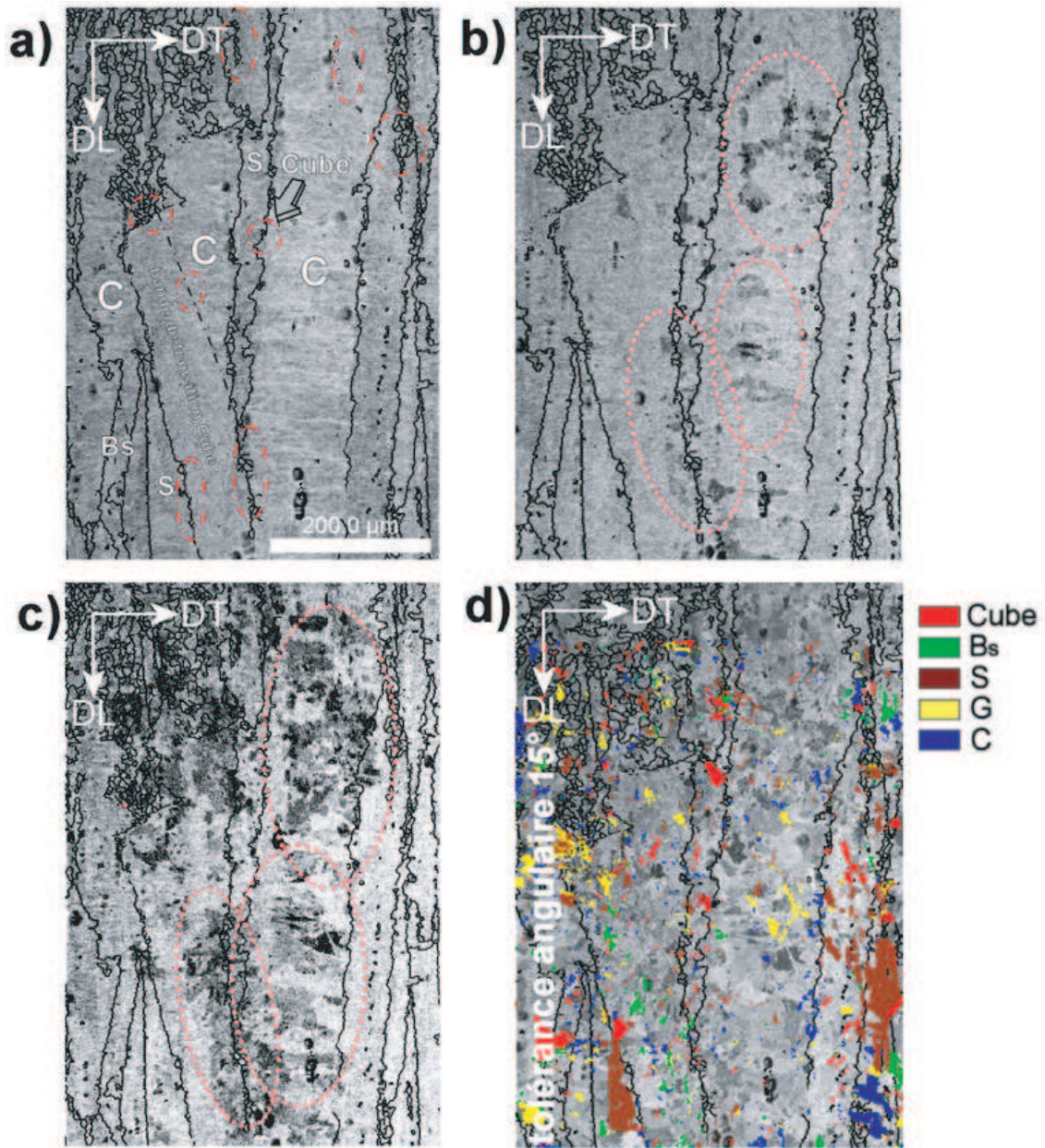


FIG. 3.42 – Résultats de l'imagerie effectuée sur le matériau LAF $\Delta = 90\%$ M_C , recuit *in-situ*. a) Etat déformé. b), c) Etats partiellement recrystallisés. d) Etat recrystallisé.

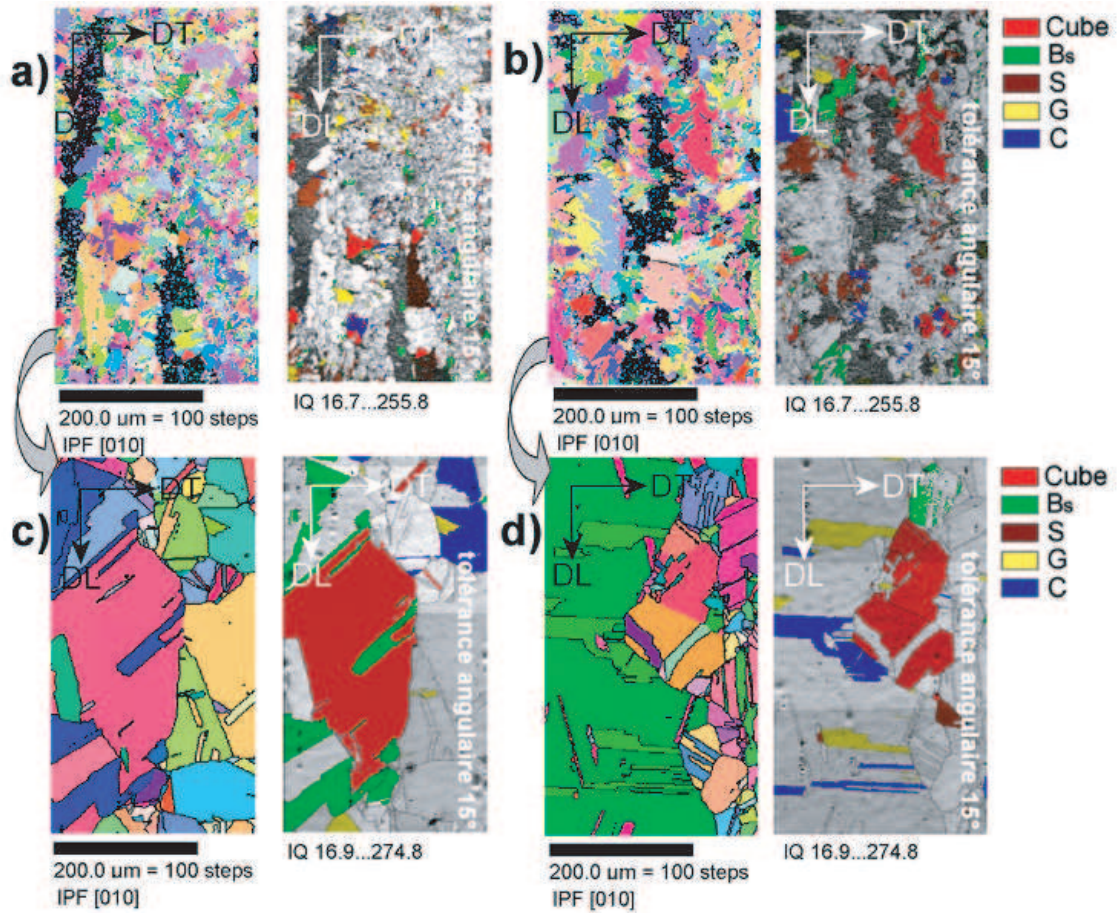


FIG. 3.43 – Cartographies des orientations selon $[010]$ et représentations de l'indice q et des orientations idéales du matériau LAF $\Delta = 90\% M_C$, recuit in-situ. a, b) Etats partiellement recristallisés. c), d) Etats recristallisés.

au contact les unes contre les autres, la recristallisation prend fin, n'autorisant aucune compétition de croissance.

3.4.2 Laitons- α

Les mesures locales des orientations sont axées essentiellement sur le matériau CuZn15, pour lequel au taux de réduction par LAF de $\Delta = 80\%$, une texture intermédiaire entre la texture de recristallisation de type Cube et de type BR est obtenue (paragraphe 3.3.2). Les mesures et tests réalisés pour le matériau laiton- α CuZn15 sont ensuite comparés à ceux effectués sur le cuivre électrolytique afin d'en tirer une conclusion concernant l'influence de la composition sur les mécanismes de la recristallisation à l'échelle locale.

Etat laminé à chaud

Les mesures locales des orientations (figure 3.45) montrent une microstructure homogène en terme de taille de grains (diamètre moyen de l'ordre de $50\ \mu\text{m}$); cependant, les sections à φ_2 constante de la FDO calculée montrent quant à elles une forte dispersion des orientations, comme l'ont montré auparavant les mesures des textures des états LAC par diffraction X pour les deux alliages (cf. paragraphe 3.3.2). Des intensités relativement basses sont associées aux orientations idéales. Nous mettons en évidence l'existence de joints de macles $\sum 3$ et $\sum 9$. Le processus de maclage est largement actif lors de l'étape de déformation à chaud.

Etat laminé à froid

Une cartographie de l'état laminé à froid est représentée à la figure 3.46.

Elle est accompagnée par les sections à φ_2 constante (0° , 30° et 65°) de la FDO calculée à partir des mesures locales. Si la FDO obtenue est qualitativement représentative de la texture du matériau à l'état LAF (par comparaison avec les mesures de textures globales par diffraction X, de fortes intensités sont reliées aux orientations Bs et G), la limite de résolution de l'appareillage MEB est atteinte, puisqu'un nombre important de points n'ont pu être indexés. De plus, les grains semblent plus fragmentés que dans le cas du cuivre électrolytique, les désorientations locales étant également plus importantes. Nous pouvons supposer pour ce matériau et ce taux de LAF des tailles de cellules de dislocations bien plus faibles que dans le cas du cuivre électrolytique. La microstructure déformée est clairement dominée par des grains d'orientations proches de Bs et G. Des points (composantes C, Cube, BsM et GM) ou amas de points (composante S) isolés sont associés aux autres orientations idéales. Le maclage de déformation n'est pas clairement mis en évidence, au vu de la très faible quantité de points associés aux orientations BsM et GM. Il est difficile de tirer des conclusions absolues concernant l'environnement des grains associés aux orientations Cube et BR. Nous pouvons toutefois observer que ces orientations sont le plus souvent

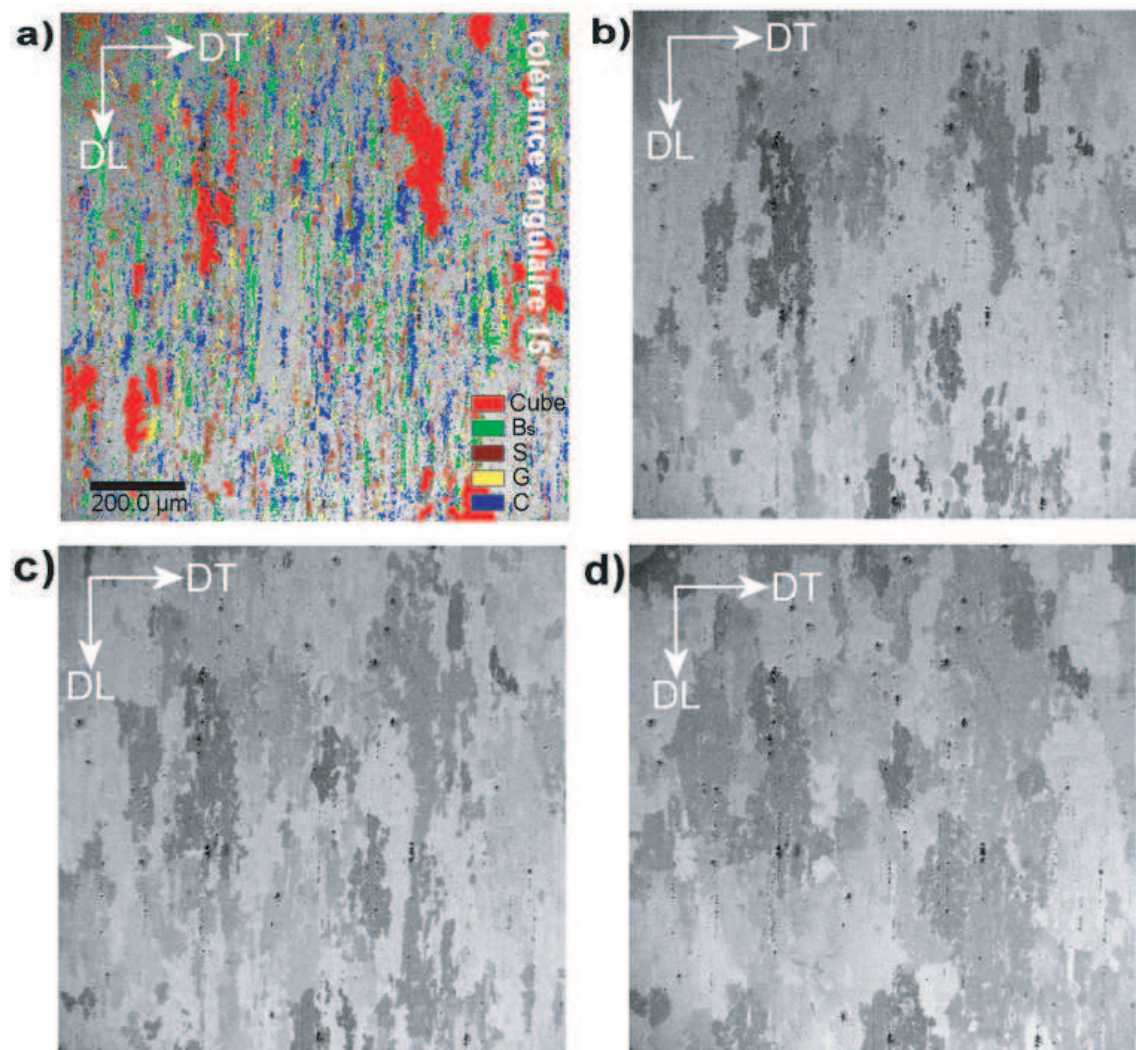


FIG. 3.44 – Résultats de l'imagerie effectuée sur le matériau LAF $\Delta = 90 \% M_S$, recuit in-situ. a) Etat déformé. b), c) Etats partiellement recristallisés. d) Etat recristallisé.

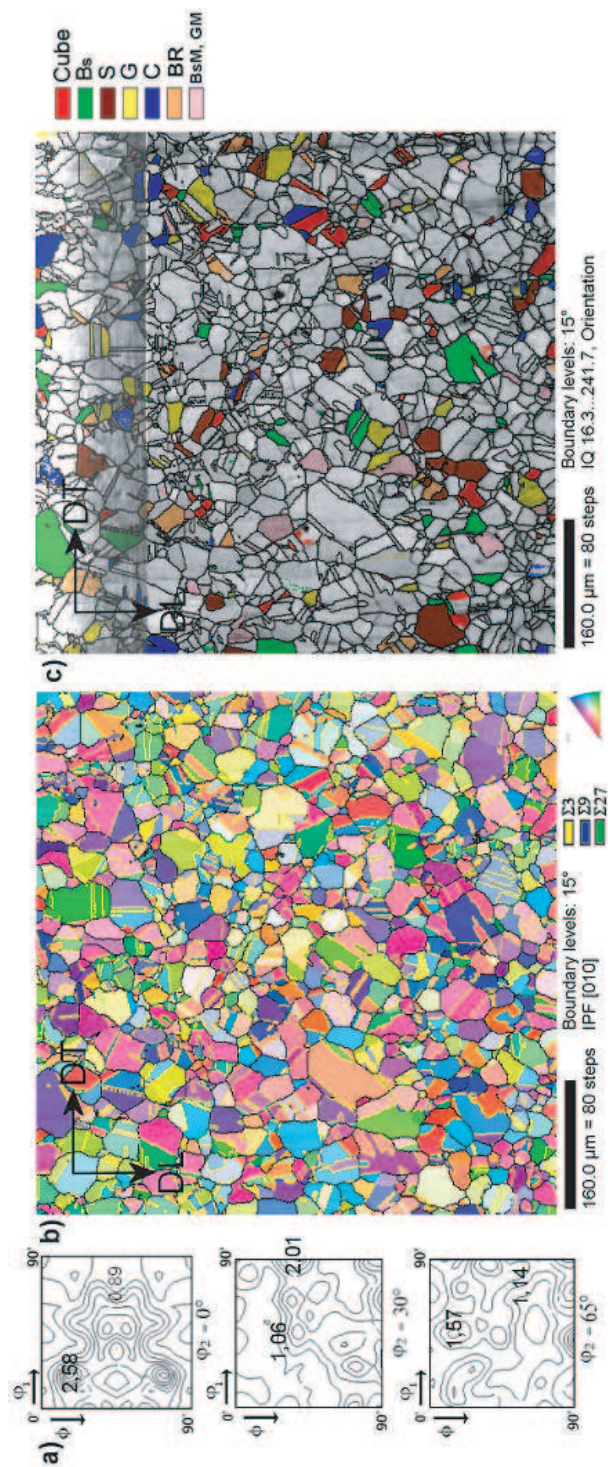


FIG. 3.45 – *Etat LAC CuZn15. Mesures selon le plan (DL, DT). a) Coupes à φ_2 constante (0, 30 et 65°) de la FDO. b) Cartographie d'orientations [010]. c) Représentation de l'indice q et des orientations idéales.*

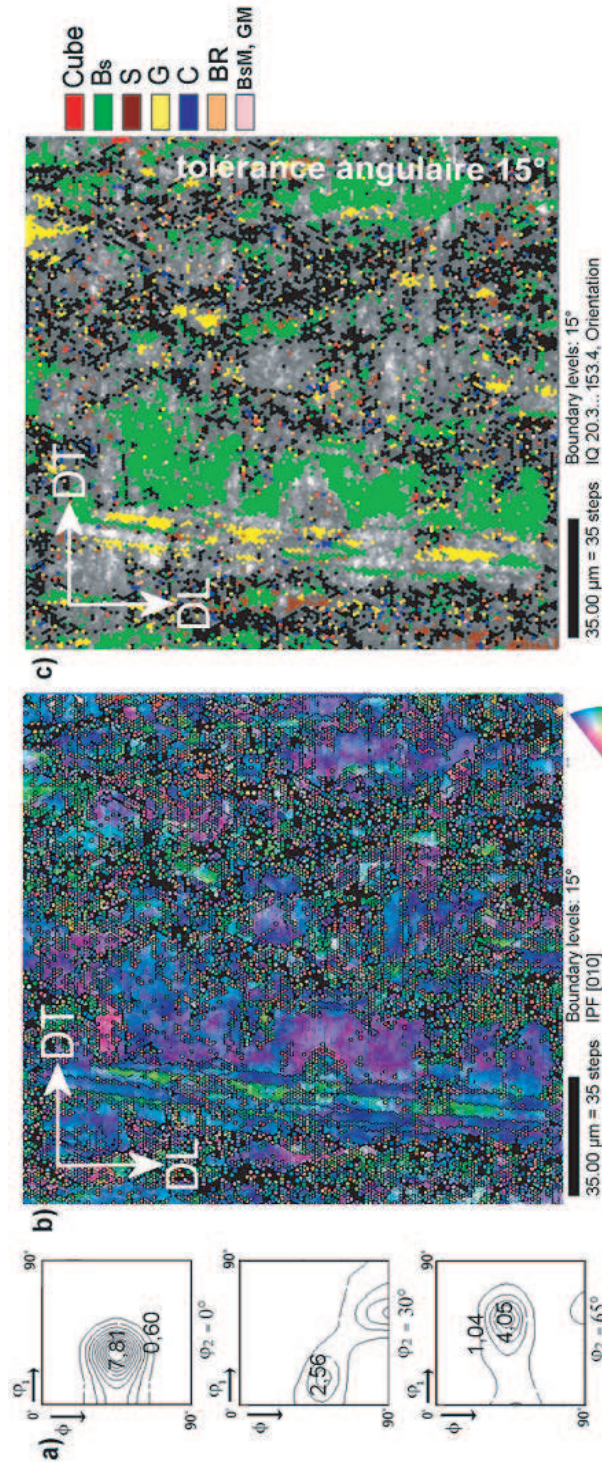


FIG. 3.46 – Etat LAF CuZn15 $\Delta = 80\%$. Mesures selon le plan (DL, DT). a) Coupes à φ_2 constante (0° , 45° et 65°) de la FDO. b) Cartographie d'orientations [010]. c) Représentation de l'indice q et des orientations idéales.

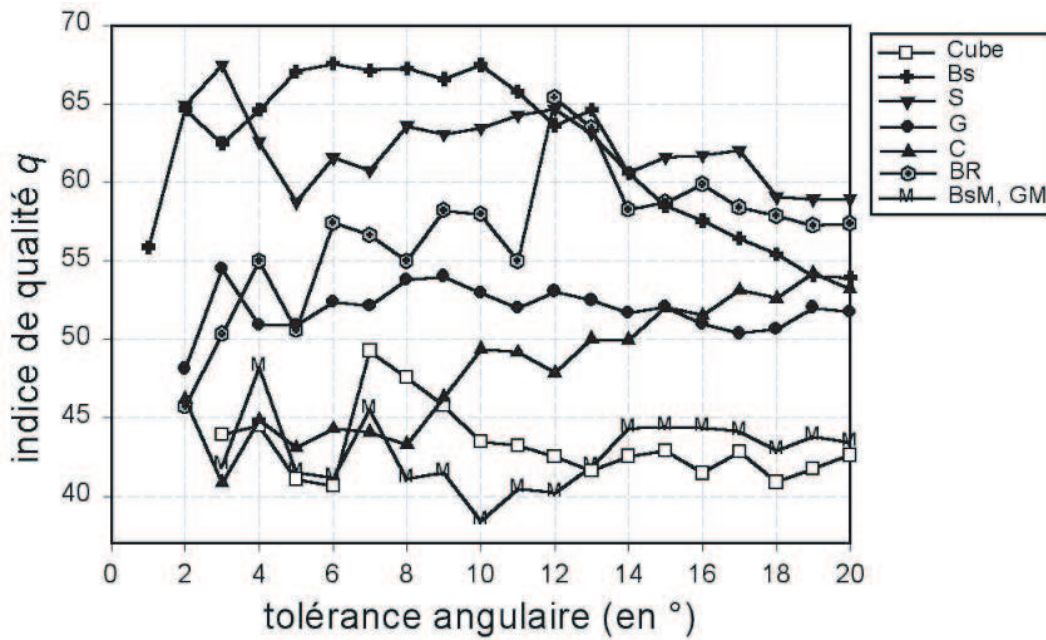


FIG. 3.47 – Evolutions de l'indice de qualité moyen en fonction de la tolérance angulaire imposée pour les sept orientations idéales considérées dans le cas du matériau CuZn15 LAF $\Delta = 80\%$.

situées dans des régions de fortes hétérogénéités (c'est-à-dire des zones possédant de fortes désorientations locales).

L'analyse basée sur la relation entre l'indice de qualité q et les orientations idéales permet de faire la distinction entre trois groupes d'orientations (figure 3.47).

Le premier constitué par les orientations Bs, S et BR (ceci n'est vrai pour cette dernière que pour des valeurs de tolérance angulaire supérieures à 10°), pour lesquelles des valeurs proches de 65 sont atteintes. Les grains d'orientation Bs étant de taille relativement importante, ces valeurs de q peuvent s'expliquer par une certaine stabilité intragranulaire liée à ces grains de faible désorientation (dans le cas du cuivre électrolytique LAF $\Delta = 70\%$, ce phénomène est observé également pour les grains associés à la composante Bs). La composante G possède, quelle que soit la valeur de tolérance angulaire imposée, une valeur constante proche de 52. Enfin, le dernier groupe constitué par les orientations Cube, C, BsM et GM, est caractérisé par des valeurs de q comprises entre 40 et 50.

Etats partiellement et totalement recristallisés

Les FDO calculées à partir des mesures locales montrent à quel point la texture suit une tendance à la dispersion au cours de la recristallisation (figure 3.48).

En effet, pour une fraction recristallisée de l'ordre de $X_v = 0,2$, les composantes Bs et G voient leur intensité diminuer au profit de l'orientation Cube (pour exemple, la position

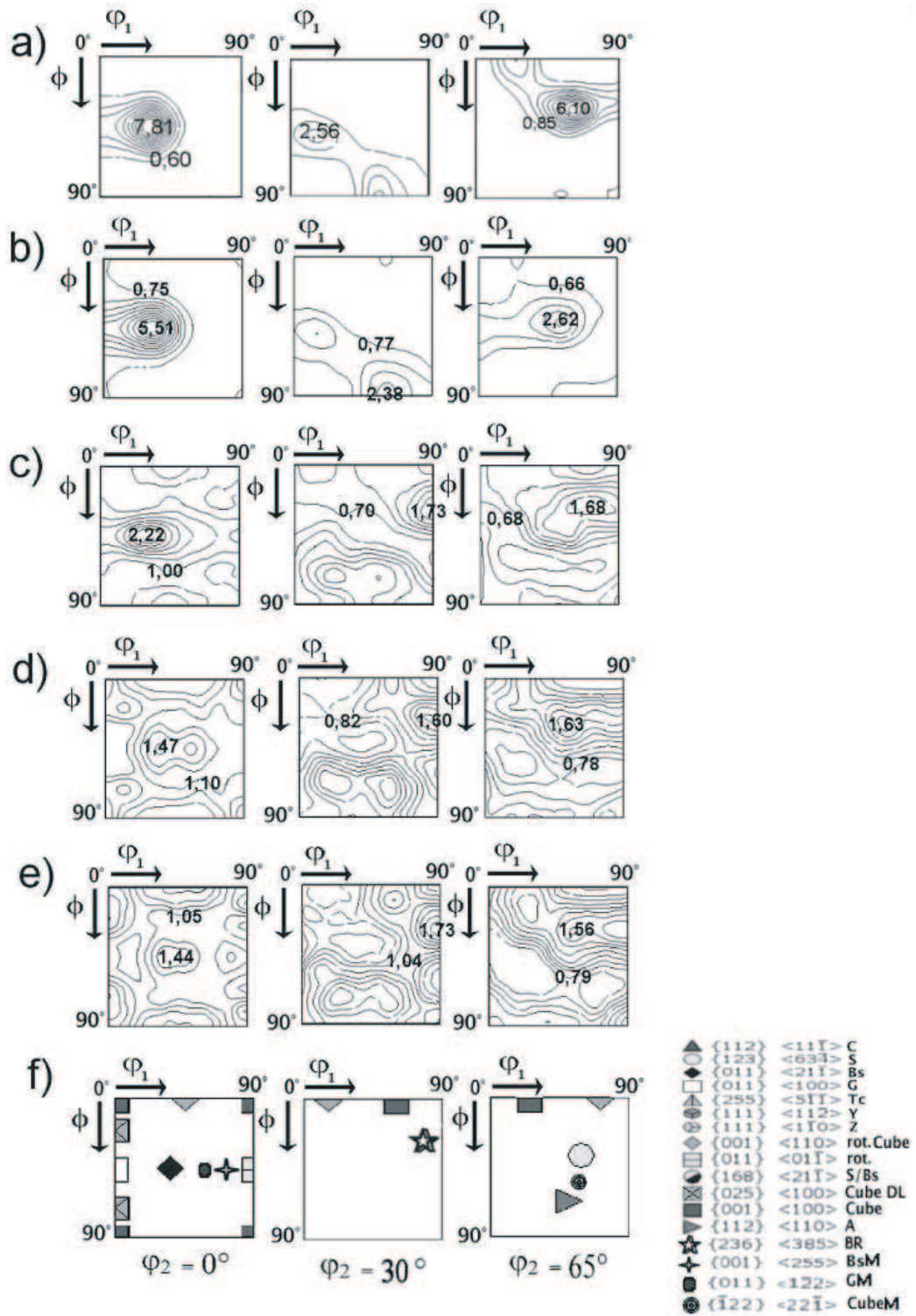


FIG. 3.48 – Sections à φ_2 constante (0° , 30° et 65°) des FDO calculées à partir des données EBSD après mesures sur le matériau CuZn15 LAF $\Delta = 80\%$. a) Etat déformé. b) $X_v = 0,21$. c) $X_v = 0,52$. d) $X_v = 0,84$. e) Etat recristallisé.

idéale de l'orientation Bs passe de 7,81 en intensité à 5,51), qui semble être l'orientation se développant majoritairement pour ce taux avancé de la recristallisation. Notons que l'orientation S, relativement présente au sein de la texture de déformation, se trouve être fortement diminuée, laissant ainsi supposer que la germination de l'orientation Cube ait pu avoir lieu au voisinage des grains associés à la composante S. Toujours pour cette même fraction recristallisée, l'émergence de l'orientation CubeM peut être mise en avant (figure 3.48b, section à $\varphi_2 = 65^\circ$), prouvant que le processus de maclage est actif en début de recristallisation. Cependant, bien que l'orientation Cube ait un avantage de germination et de croissance, un certain nombre d'autres orientations apparaissent au cours du développement de la nouvelle microstructure. Des niveaux particulièrement bas sont atteints pour une fraction recristallisée de $X_v = 0,52$, le maximum d'intensité de la FDO correspondante ne dépassant pas 2,50. La composante BR est relativement présente, et tend à se développer jusqu'à la totale recristallisation du matériau. La composante Cube devient largement minoritaire en fin de processus, tandis que certaines des composantes reliées au maclage, telles que BsM, GM et CubeM, composent la texture de recristallisation. En définitive, une texture très dispersée est obtenue, pour laquelle le maximum faible (1,75) correspond à l'orientation BR. Les cartographies d'orientations (figure 3.49) permettent, bien qu'elles ne soient que passablement indexées de mettre en avant la germination majoritaire de l'orientation Cube dans des zones de fortes hétérogénéités de déformation (zones pour lesquelles les indices de qualité q sont particulièrement bas).

Il en est de même pour l'orientation BR, bien qu'associée à de plus faibles valeurs de l'intensité de la FDO. Le maclage est actif, des joints de macles de première, seconde et troisième génération étant mis en évidence pour l'ensemble des germes en phase de développement. L'évolution de la fraction surfacique des joints $\sum 3$, $\sum 9$ et $\sum 27$ en fonction de la température de recuit suit la cinétique de recristallisation, prouvant que le processus de maclage conduit à transformer, par ajout de nouvelles orientations, la texture de recristallisation (figure 3.50).

La tendance générale des courbes représentant les évolutions des fractions volumiques des sept orientations considérées en fonction de la fraction recristallisée est la même que celle obtenue lors des décompositions des FDO en FG après mesures des textures par diffraction X (paragraphe 3.3.2), c'est-à-dire, pour l'ensemble des orientations, des valeurs de fraction volumique uniformes et faibles en fin de recristallisation: la texture tend à l'isotropie (figure 3.51).

La microtexture est donc particulièrement dispersée, sans avantage évident de nombre ou de taille pour les orientations Cube et BR (figure 3.52).

La distribution de la taille de grains est relativement homogène (pour 16 150 grains recensés, une taille moyenne de $2,40 \mu\text{m}$ de diamètre est obtenue, pour une fourchette variant de $1,48$ à $9,27 \mu\text{m}$).

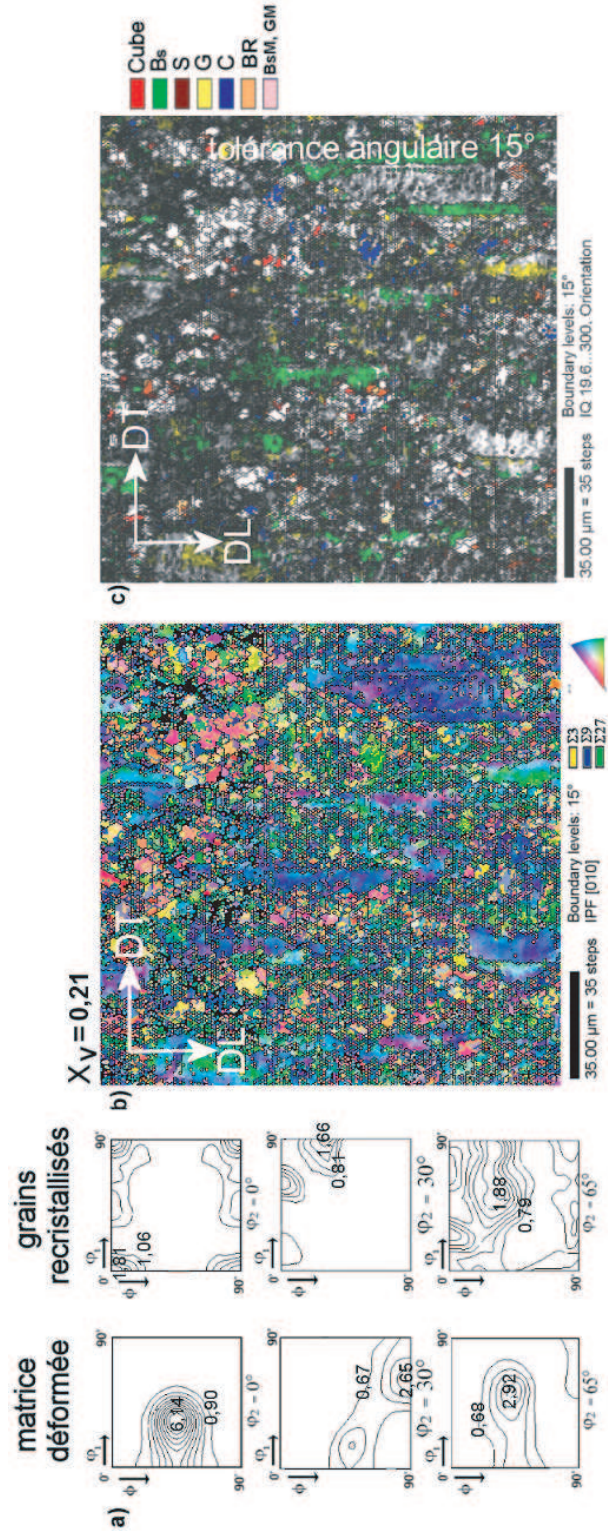


FIG. 3.49 – Etat LAF CuZn15 $\Delta = 80\%$, partiellement recristallisé. Mesures selon le plan (DL, DT). a) Coupes à φ_2 constante (0, 45 et 65°) des FDO pour les grains déformés et recristallisés. b) Cartographie d'orientations [010]. c) Représentation de l'indice q et des orientations idéales.

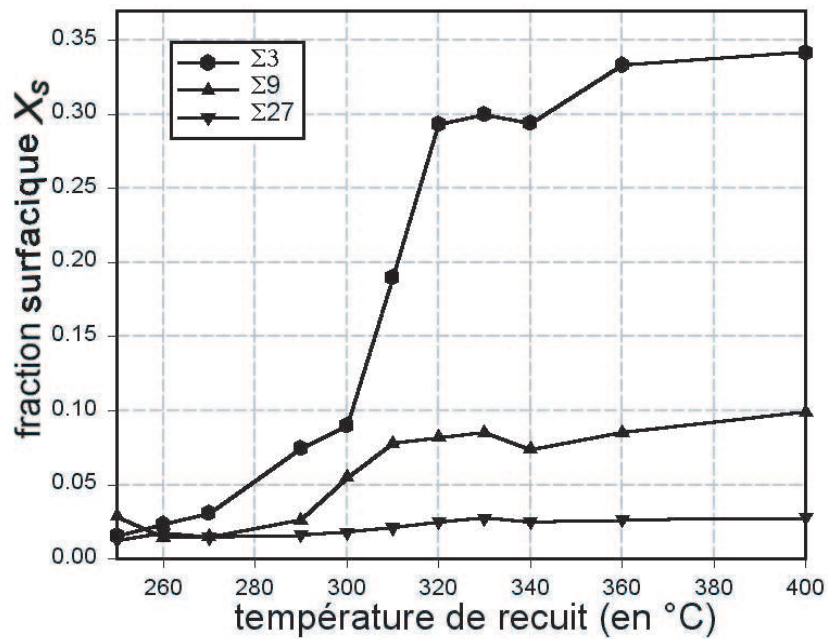


FIG. 3.50 – Evolutions des fractions surfaciques en fonction de la température de recuit pour les joints de grains de types $\Sigma 3$, $\Sigma 9$ et $\Sigma 27$.

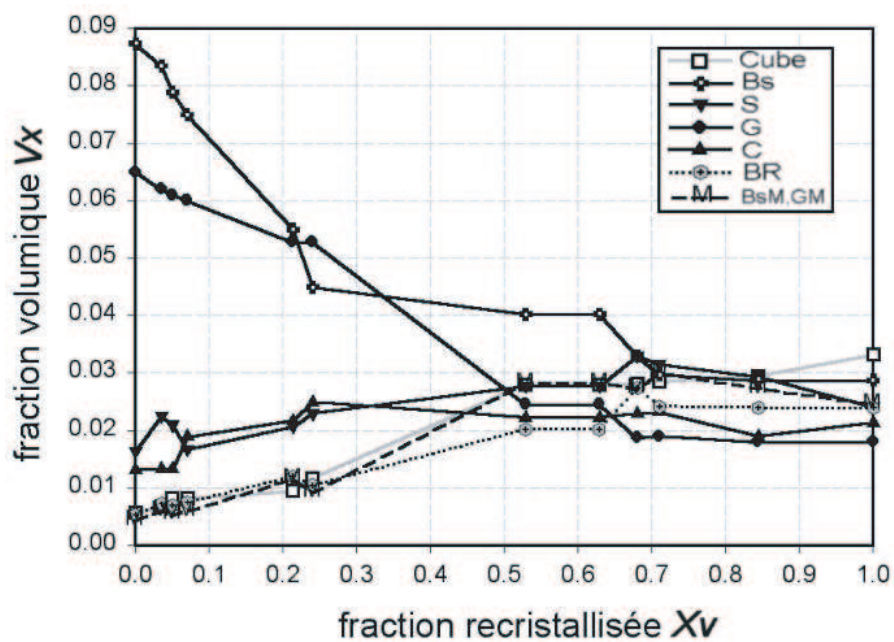


FIG. 3.51 – Evolution des fractions volumiques associées aux orientations considérées en fonction de la fraction recrystallisée (tolérance angulaire 15°) dans le cas du matériau CuZn15 après LAF $\Delta = 80\%$ et recuits.

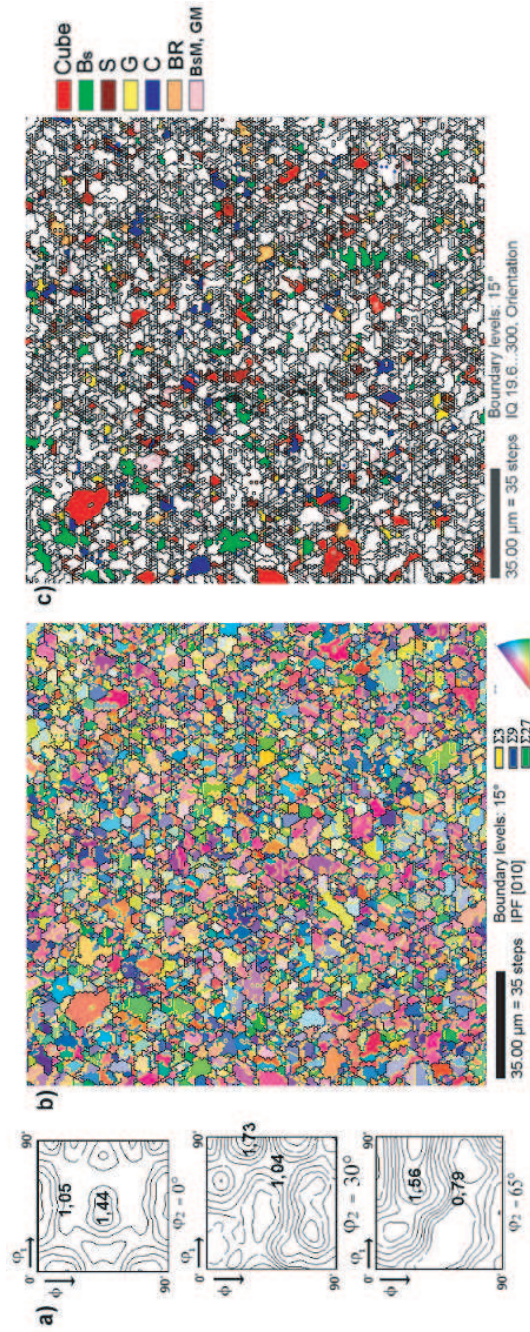


FIG. 3.52 – *Etat LAF CuZn15 $\Delta = 80$ %, recristallisé. Mesures selon le plan (DL, DT). a) Coupes à φ_2 constante ($0, 45$ et 65°) des FDO pour les grains déformés et recristallisés. b) Cartographie d'orientations [010]. c) Représentation de l'indice q et des orientations idéales.*

3.5 Microstructures

Une comparaison entre les matériaux cuivre LAF aux taux de $\Delta = 70\%$ et $\Delta = 90\%$ (M_C) est effectuée, permettant tout d'abord d'apprécier d'un point de vue morphologique l'influence du taux de déformation sur la structure des cellules de dislocations en fonction de l'orientation considérée. L'étude est concentrée sur les orientations particulières de la texture de déformation (S et C) et l'orientation Cube. Dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$, un examen détaillé d'un grain d'orientation S (pour lequel la désorientation calculée à partir des mesures EBSD pour l'ensemble des points ne dépasse pas $5,8^\circ$) montre des cellules allongées à 45° selon la direction de laminage (figure 3.53), de tailles très variables.

De plus, certaines cellules semblent être exemptes de toute dislocation, tandis que d'autres sont au contraire caractérisées par une densité de dislocations relativement importante. Le profil de désorientation effectué à partir des mesures EBSD montre également une forte hétérogénéité des orientations. A l'inverse, l'orientation Cube (dans la première catégorie de grains explicitée au paragraphe 3.4.1) est associée à des cellules de dislocations allongées dans le plan transverse (parallèles à la direction de laminage), moins chargées en dislocations (figure 3.54).

La cartographie d'orientations associée à la zone explorée par MET montre pour certaines régions une désorientation faible voire nulle (en particulier pour celles associées à des cellules vierges de toute dislocation). Pour ce même type de grain, des zones associées à de fortes densités de dislocations existent. Cette double population de cellules caractérisant uniquement les grains proches de l'orientation Cube, est le signe d'une restauration rapide en début de processus de recristallisation, déjà observée par EBSD (paragraphe 3.4.1). Les mesures EBSD permettent d'établir les distributions de désorientations entre cellules appartenant à un même grain. La figure 3.55 montre ainsi des distributions quasi-identiques pour les deux orientations S et Cube. Un maximum est observé autour de $0,5^\circ$ (valeur représentant la limite de précision de l'appareillage MEB/EBSD utilisé), tandis que dans le cas de la composante Cube, celui-ci est situé aux alentours de $0,75^\circ$. Dans les cas étudiés, la désorientation entre deux cellules adjacentes peut atteindre une valeur supérieure à 5° .

Le zoom 3, associé à un grain proche de l'orientation S, est par contraste constitué de cellules à fortes valeurs de densités de dislocations. Pour des taux de déformation plus élevés, la structure des cellules de dislocations appartenant aux composantes de déformation présente un caractère plus dispersé en termes de distribution de populations de cellules, majoritairement associées à de fortes densités de dislocations. En particulier dans le cas de la composante C (orientation majoritaire de la texture de déformation LAF $\Delta = 90\%$, M_C), nous mettons en évidence des cellules bien définies et orientées dans le sens de DL, de rayon moyen de l'ordre de quelques microns (figure 3.56). La distribution des joints de cellules au sein du grain étudié n'est pas très différente de celles décrites plus haut (figure 3.57). Cependant, bien qu'un maximum de désorientation soit observé aux alentours de $0,5^\circ$, la distribution indique un nombre plus important de joints associés à des angles compris entre $1,5$ et 5° . Nous pouvons ainsi en déduire une hétérogénéité plus importante

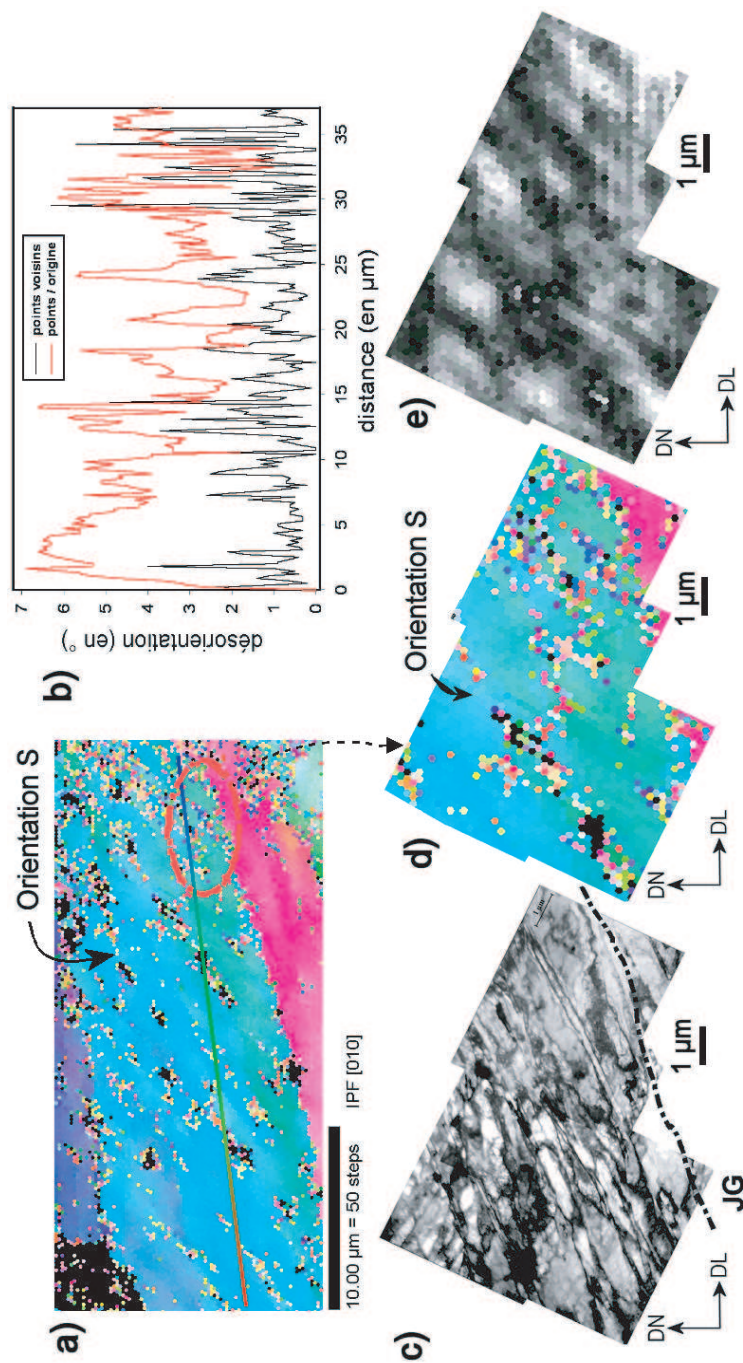


FIG. 3.53 – Etude MEB/MET sur le cuivre LAF $\Delta = 70 \%$. a) cartographie des orientations locales obtenue par mesures EBSD. b) Profils de désorientation intragranulaire. c) Microstructure MET. d) Cartographie des orientations locales. e) Cartographie des indices de qualité q .

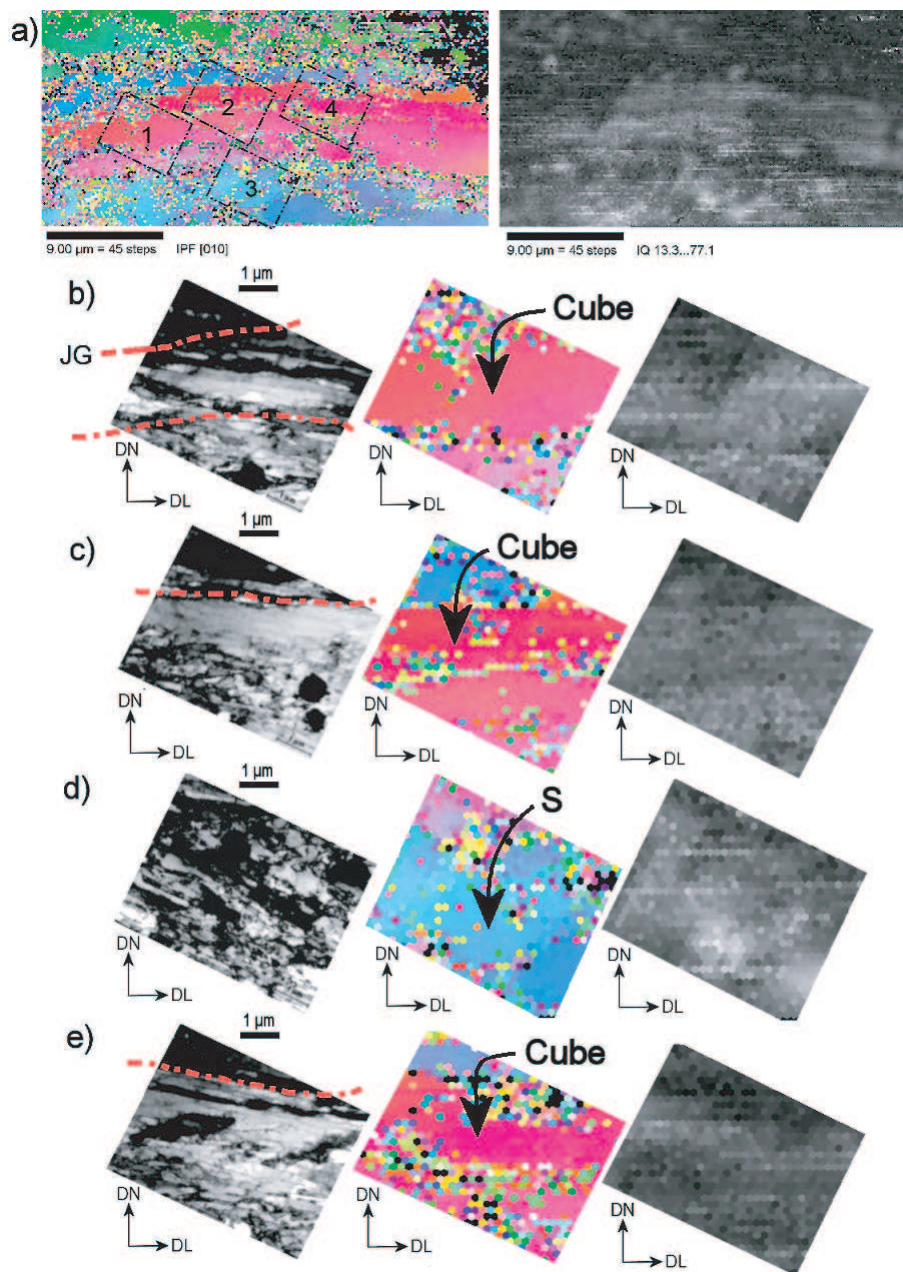


FIG. 3.54 – Etude MEB/MET sur le cuivre LAF $\Delta = 70\%$. a) Cartographies des orientations locales et de l'indice de qualité. b) à c) Zooms 1 à 4.

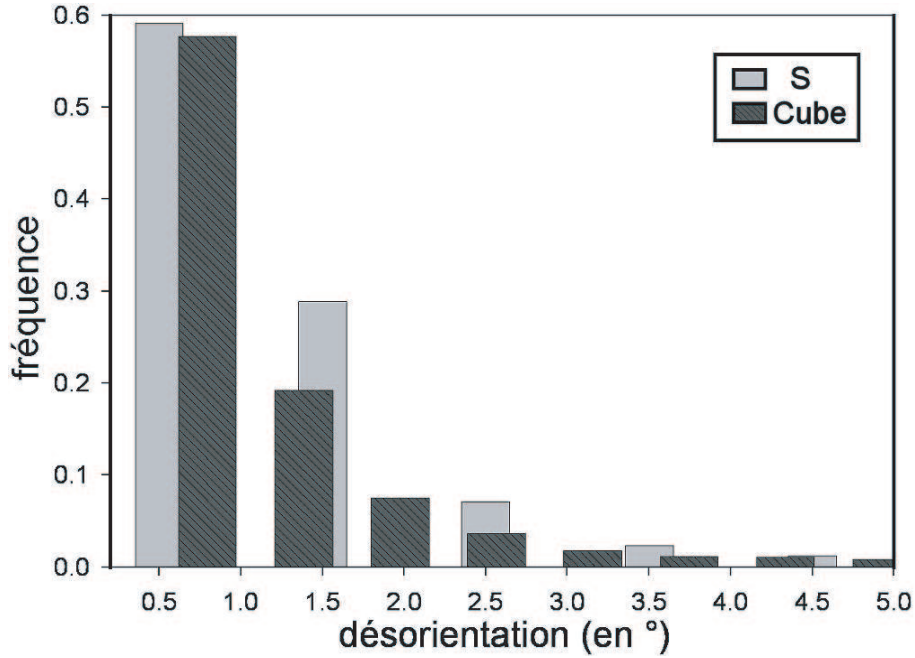


FIG. 3.55 – Distributions des désorientations (en °) intercellulaires calculées à partir des mesures EBSD pour les orientations S et Cube, dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70$ %.

que pour les orientations S et Cube dans le matériau LAF $\Delta = 70$ %.

3.6 Mesures d'énergie stockée

Les mesures d'énergie stockée ont été réalisées sur le matériau cuivre LAF (état déformé) aux taux de réduction de: $\Delta = 70$ %, $\Delta = 90$ % (M_C et M_S) et $\Delta = 98$ %. Pour exemple, les profils de diffraction X des familles de plans $\{111\}$ associés aux orientations C et Cube pour les deux matériaux déformés (M_C et M_S) sont représentés à la figure 3.58. Qualitativement, nous mettons déjà en évidence par ces mesures une différence flagrante entre les élargissements dus aux dislocations entre les deux matériaux étudiés. En effet, l'orientation Cube dans le matériau LAF $\Delta = 90$ % M_S est associée à une raie de diffraction particulièrement peu élargie par comparaison avec la même orientation pour le matériau LAF $\Delta = 90$ % M_C . La composante Cube est dans le premier cas associée à une densité de dislocations plus faible. L'analyse des profils de diffraction X a été effectuée à partir de la méthode de Warren-Arrenbach modifiée (modèle de Ungar-Borbély, [Ungar 96]), utilisant les coefficients de Fourier pour représenter l'élargissement des pics et tenter de séparer l'effet de l'élargissement de taille de celui de la déformation. Le tableau 3.5 regroupe l'ensemble des résultats (rayons de coupure des dislocations, valeurs des densités de dislocations et énergie stockée) issus de cette analyse. Les valeurs d'énergie stockée sont obtenues à partir de l'équation 2.13 (cf. paragraphe 2.2.3). Les évolutions des

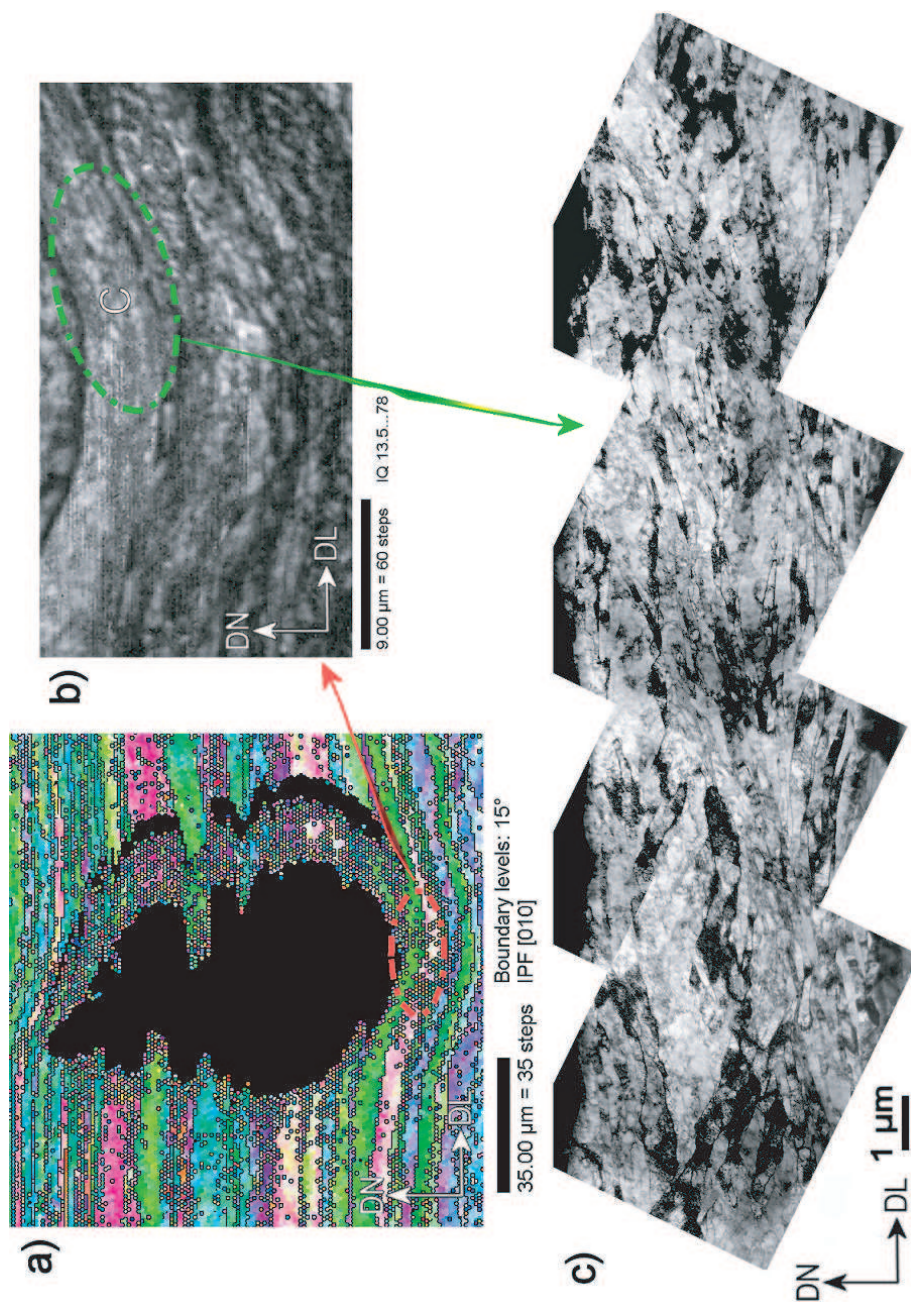


FIG. 3.56 – Etude MEB/MET sur le cuivre LAF $\Delta = 90\%$, M_C . a) Cartographie générale des orientations locales. b) Cartographie de l'indice de qualité, proche d'une zone d'un grain C. c) Microstructure révélée par MET.

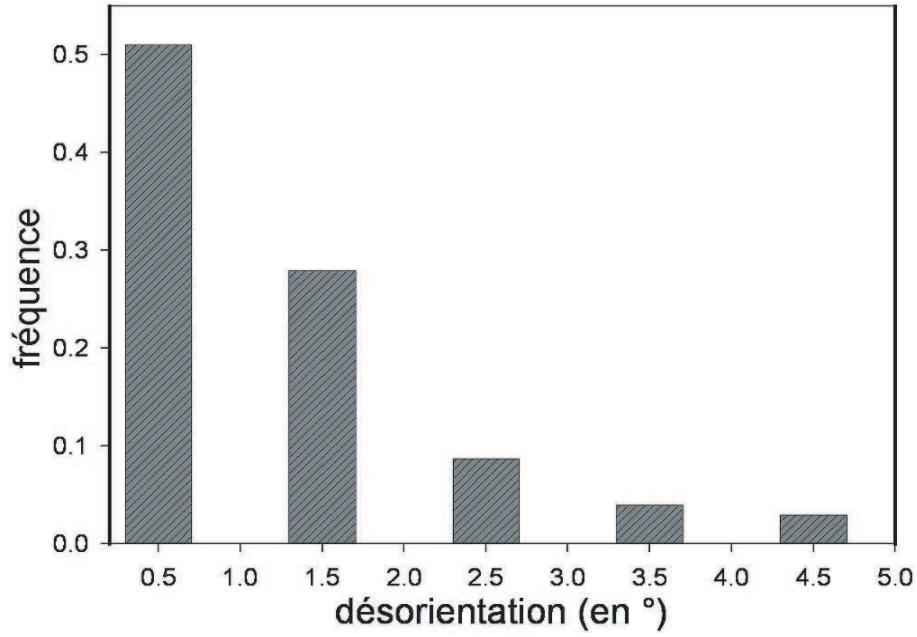


FIG. 3.57 – *Distribution des désorientations (en °) intercellulaires calculées à partir des mesures EBSD pour l'orientation C, dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90$ %.*

densités de dislocations moyennes reliées à chacune des orientations majeures des textures de déformation pour les matériaux déformés à $\Delta = 70$ %, $\Delta = 90$ % (M_C) et $\Delta = 98$ % en fonction du taux de déformation sont explicités à la figure 3.59. Une augmentation de cette densité est obtenue pour les orientations C, Bs et S lorsque le taux de déformation augmente. Une valeur commune de saturation ($\rho \simeq 6.10^{+15} m^{-2}$) est d'ailleurs obtenue pour ces trois orientations au taux de réduction de $\Delta = 98$ % ($\varepsilon = 3,93$). Tandis que la valeur de la densité de dislocations moyenne relative à l'orientation G reste constante (autour de $\rho = 9.10^{+15} m^{-2}$) pour les taux de déformation de $\Delta = 70$ % et $\Delta = 90$ % (rappelons que l'orientation G tend à disparaître pour des taux de déformation supérieurs à $\varepsilon = 2,25$, cf. paragraphe 3.3.1), la densité de dislocations diminue lorsque la déformation augmente pour l'orientation Cube. L'énergie stockée relative à la composante Cube passe de $1,23 J.mol^{-1}$ à $0,37 J.mol^{-1}$, ne faisant qu'accentuer la différence d'énergie entre les orientations appartenant à la texture de déformation (en particulier, l'orientation C) et l'orientation Cube. Enfin, la comparaison entre les deux matériaux LAF $\Delta = 90$ % M_C et M_S permet de mettre en évidence une distribution d'énergie stockée quelque peu différente. En effet, l'orientation Cube est associée à une valeur faible, quasi-nulle de l'énergie stockée ($ES = 0,11 J.mol^{-1}$) dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90$ % M_S . Une valeur un peu plus élevée est obtenue dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90$ % M_C ($ES = 0,83 J.mol^{-1}$).

Remarque : les mesures de l'énergie stockée par diffraction X et les mesures par MET sont cohérentes avec les mesures EBSD réalisées: l'indice de qualité q peut être utilisé

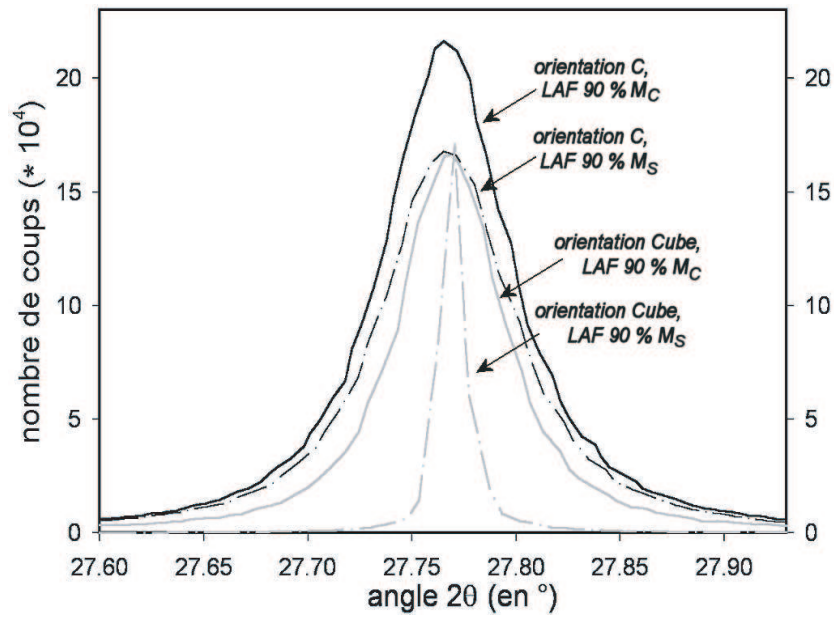


FIG. 3.58 – Profils de diffraction X associés aux orientations C et Cube pour les familles de plans $\{111\}$. Mesures sur les matériaux LAF $\Delta = 90\%$ M_C et M_S .

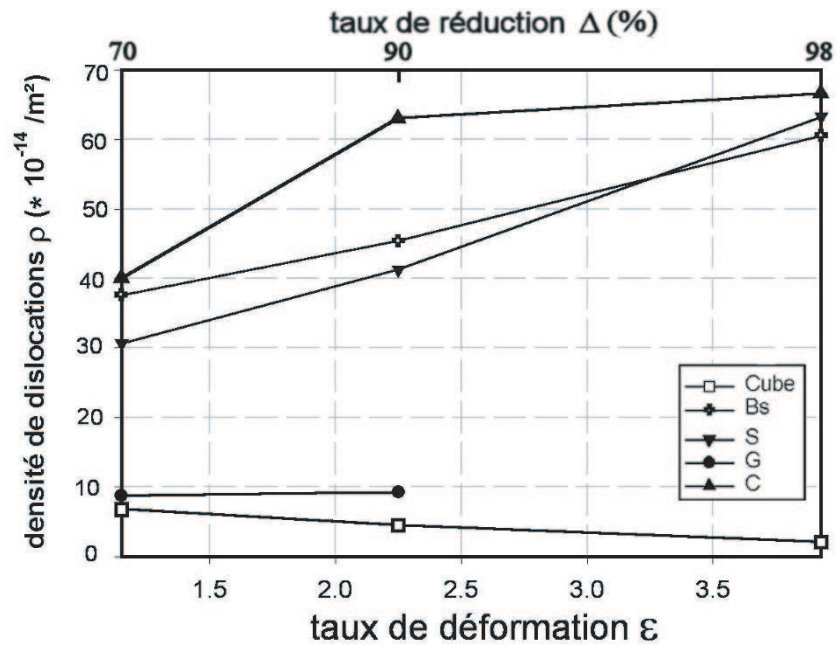


FIG. 3.59 – Evolutions des valeurs des densités de dislocations avec le taux de déformation.

comme une information qualitative concernant la densité locale (à l'échelle du μm) de dislocations (cf. figure 3.25): $ES_{DRX}(g_i) \blacktriangleleft\blacktriangleright ES_q(g_i)$. Aux différentes échelles d'investigation, une relation entre énergie stockée et orientation cristalline est obtenue.

3.7 Discussion

3.7.1 Texture de déformation, énergie stockée et microstructure : paramètres clés dans le développement de la texture de recristallisation du cuivre

La caractérisation aux différentes échelles des états de déformation des matériaux cuivre et laiton- α permet d'aboutir à un certain nombre de faits expérimentaux, conduisant à confirmer certaines des hypothèses émises précédemment (cf. chapitre 1). La déformation plastique au travers d'une augmentation du taux de LAF provoque dans le cas du cuivre électrolytique, un renforcement du caractère multi-pics de la texture, principalement autour des orientations Bs, S et C. Une augmentation du taux de réduction provoque un affaiblissement marqué des composantes minoritaires Cube et G, l'orientation G disparaît totalement dans le cas du matériau LAF $\Delta = 98\%$ de déformation. Bien que l'orientation Cube soit en quantité moindre dans les matériaux déformés aux forts taux de LAF, les mesures globales et locales montrent que cette orientation s'affine avec le taux de déformation, une dispersion moins élevée étant reliée à l'orientation idéale au taux de $\Delta = 98\%$. Les mesures des orientations locales permettent quant à elles de confirmer ce renforcement de la texture de déformation par augmentation du taux de LAF. Tout d'abord, la microstructure caractéristique du matériau LAF $\Delta = 70\%$ fait état dans le plan de laminage de grains proches des orientations Bs, S et C, plus allongés selon DL et de taille plus faible selon DN, de désorientations moyennes intragranulaires plus faibles selon DL et DT. En d'autres mots, une augmentation du taux de réduction provoque une consolidation de la microstructure et un renforcement de la texture de fibre de type β . Par examen couplé DRX/EBSD nous observons les phénomènes suivants au cours de la recristallisation:

Dans un premier temps, et jusqu'à un taux de LAF $\Delta = 90\%$, une rétention des composantes de déformation est observée au cours du processus de recristallisation conduisant à une texture relativement dispersée. Les orientations relatives aux trois premières générations de macles n'ayant pas été mises en évidence par DFG pour ces cinq orientations, nous supposons que le maillage n'a pas d'influence sur la texture de recristallisation globale du matériau. L'étape de germination conduit en effet à produire cette texture relativement dispersée: les mesures locales des orientations montrent que l'orientation Cube germe en premier lieu dans les zones de fortes hétérogénéités de déformation, mais freine par maillage la croissance des grains proches de la composante Cube. D'autres orientations possédant un potentiel combiné de germination et de croissance se développent alors. Nous ne pouvons pas dans ce cas parler de *randomisation* de la texture, terme souvent employé précédem-

Taux de LAF	Orientations idéales	Rayon de coupure R_e (en nm)	Densité de dislocations moyenne ρ_g (l/m^2)	Energie stockée (en J/mol)
70 %	C	36,8	$4,00.10^{15}$	10,70
	Bs	59,3	$3,76.10^{15}$	11,40
	S	50,6	$3,06.10^{15}$	8,93
	G	37,0	$8,73.10^{14}$	2,34
	Cube	11,6	$6,77.10^{14}$	1,23
90 % (M_c)	C	43,1	$6,29.10^{15}$	17,60
	Bs	40,1	$4,54.10^{15}$	12,43
	S	39,5	$4,18.10^{15}$	11,25
	G	38,1	$9,24.10^{14}$	2,50
	Cube	12,2	$4,49.10^{14}$	0,83
90 % (M_s)	C	35,1	$6,84.10^{15}$	18,06
	Bs	42,0	$3,89.10^{15}$	10,78
	S	47,2	$3,55.10^{15}$	10,15
	G	38,1	$8,73.10^{14}$	2,36
	Cube	9,1	$6,77.10^{13}$	0,11
98 %	C	62,7	$6,65.10^{15}$	20,44
	Bs	42,1	$6,05.10^{15}$	16,80
	S	59,1	$6,32.10^{15}$	19,14
	G	X	X	X
	Cube	11,3	$2,08.10^{14}$	0,37

TAB 3.4: Valeurs des rayons de coupure, densités de dislocations et énergie stockée pour l'ensemble des matériaux étudiés

ment par nombre d'auteurs [Necker 97], [Engler 01], [Julliard 01], puisque les orientations présentes au sein de la texture de recristallisation proviennent majoritairement d'orientations préexistantes à l'état déformé. Aucune différence *notable* de fréquence ou de cinétique de germination et/ou de croissance ne permet de favoriser une ou plusieurs orientations par rapport aux autres, nous ne pouvons parler alors ni de germination orientée, ni de croissance orientée. Cependant l'orientation Cube se renforce au sein de la texture, grâce à un processus de restauration, qui lui permet de germer avec une cinétique légèrement plus élevée que les autres orientations. Cette restauration a lieu également à l'intérieur même des grains de taille relativement élevée et d'orientation plus ou moins proches de l'orientation Cube (jusqu'à 15° de désorientation intragranulaire), mais aucune germination ne prend place jusqu'à un taux avancé de la recristallisation, ceci pouvant facilement s'expliquer par la morphologie particulière de ces grains (dans les plans DL,DT et DL,DN). La figure 3.60 - après essai *in-situ* dans le MEB - montre en effet que la restauration de ces grains conduit à la germination d'un grain d'orientation Cube (inférieure à 15° par rapport à la position idéale) de faible taille se retrouvant dans un environnement d'orientation proche de la composante Cube, freinant ainsi sa croissance, puisque le joint de grains résultant est dès lors peu mobile. Le grain ne pouvant se développer, le maillage de recristallisation prendrait ainsi place.

En résumé, dans ce matériau, la recristallisation se déroule par une germination polygranulaire, principalement aux joints de grains et dans les zones pour lesquelles la désorientation locale est particulièrement élevée. Dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ M_C , les mesures globales par DRX ainsi que les calculs DFG des FDO, montrent que l'orientation Cube possède une cinétique et une fréquence de germination telle qu'elle est la seule à germer. L'orientation Cube dans ce matériau possède à l'état déformé une dispersion relativement faible - la dispersion autour de cette orientation ayant tendance à diminuer avec le taux de réduction par laminage, passant de $b = 36^\circ$ (soit $w_0 \simeq 21^\circ$) à $b = 27^\circ$ ($w_0 \simeq 16^\circ$) pour les largeurs à mi-hauteur des gaussiennes associées à cette orientation aux états LAF $\Delta = 70\%$ et $\Delta = 98\%$, cf. paragraphe 3.3.1- et est associée à une microstructure particulière: des bandes de transition entre les orientations Cube et G. La restauration rapide de ces bandes permet à la composante Cube d'acquérir une cinétique de germination élevée. L'environnement de ces bandes de transition étant essentiellement proche de grains des orientations C et/ou S, une différence d'énergie stockée maximale est ainsi obtenue, ce qui leur confère un avantage de croissance. Dans ce cas précis, nous pouvons parler de germination *et* croissance orientées, comme Duggan *et al.* [Duggan 93]. Les mesures ont permis également de mettre en évidence une germination polygranulaire (orientation Cube au tout début du processus, puis maillage de cette orientation, suivi par la germination des autres orientations capables de germer), mais le développement ne se faisant que dans la direction de laminage, ce type de grains ne possédant pas par la suite un potentiel de croissance suffisant, ce processus, ne déterminant pas la texture de recristallisation, prend fin en début de recristallisation. Dans les deux cas étudiés, les rares bandes de cisaillement (proches des orientations C et S) permettent de conclure qu'évidemment ce type d'hétérogénéités ne

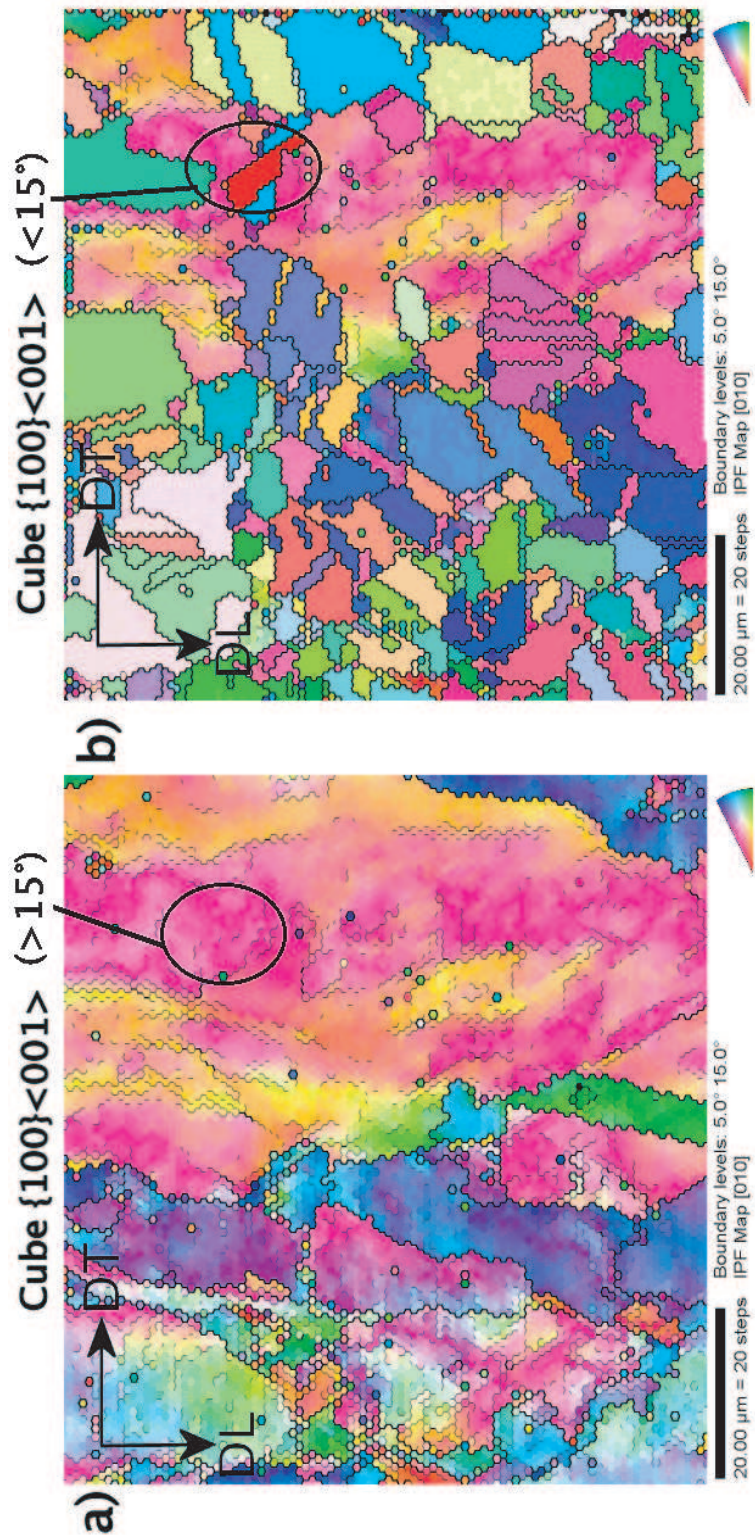


FIG. 3.60 – Essai *in-situ* sur le matériau cuivre LAF $\Delta = 70\%$. Cartographies $[010]$ des orientations déterminées par EBSD dans le MEB. a) Etat déformé. b) Etat partiellement recristallisé.

joue aucun rôle dans la détermination de la texture de recristallisation.

Par analyse des valeurs des densités de dislocations et des valeurs de l'énergie stockée estimées par diffraction X, la comparaison entre les matériaux LAF $\Delta = 70\%$ et LAF $\Delta = 90\%$ permet de montrer qu'une valeur critique de différence d'énergie stockée est nécessaire afin d'obtenir une texture de recristallisation de type Cube. La diminution de la valeur de densité de dislocations associée à l'orientation Cube avec le taux de déformation renforce l'idée d'une *restauration dynamique* [Ridha 82]. Le rôle majeur joué par l'énergie stockée lors du processus de recristallisation est donc clairement mis en avant ici.

En définitive, les matériaux LAF $\Delta = 70\%$ et LAF $\Delta = 90\%$ se différencient par leurs textures globales, microstructures et valeurs de l'énergie stockée, conduisant ainsi à des mécanismes de germination et croissance provoquant la production d'une texture de recristallisation relativement dispersée dans le premier cas - la germination polygranulaire étant le mécanisme majoritaire - et celle d'une texture de recristallisation de type Cube dans le deuxième - la germination aux bandes de transition Cube-G étant le mécanisme le plus favorable énergétiquement.

3.7.2 Texture et microstructure avant déformation : influences sur les mécanismes de recristallisation

Les essais *in-situ* réalisés sur les matériaux cuivre LAF $\Delta = 90\%$ M_C et M_S permettent d'évaluer l'importance de la succession des étapes lors de traitements thermomécaniques conduisant au final à un taux de réduction identique (en l'occurrence $\Delta = 90\%$) et à des textures de déformation globales similaires (cf. paragraphe 3.3.1). Les analyses par EBSD et les mesures de profils de raies de diffraction X permettent de différencier ces deux matériaux à l'état déformé en termes de microstructures, densités de dislocations et valeurs de l'énergie stockée. Il devient alors nécessaire de confronter les deux textures et microstructures obtenues après laminage à chaud dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ M_C , et après LAF $\Delta = 70\%$ et recuit industriel dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ M_S (figure 3.61). Dans le cas du matériau LAC, il apparaît clairement que les composantes de déformation Bs, S et C sont reliées à de plus fortes valeurs de $f(g)$ que dans le cas du matériau LAF + recuit. La méthode de DFG des FDO est appliquée ici, afin de permettre une meilleure quantification de cette comparaison. Le tableau 3.5 permet d'observer que la texture du matériau LAF + recuit, est constituée d'une fraction de matériau d'orientation Cube dont la dispersion est bien plus faible ($b = 25^\circ$, soit $w_0 \simeq 15^\circ$) et l'intensité supérieure à celle du matériau LAC. Nous pouvons donc supposer que dans le deuxième cas de figure (*i.e.* M_S), l'étape de LAF produit une microstructure composée de sous-grains Cube peu désorientés (paragraphe 3.4.1, figure 3.41), et ceci parce que la texture avant LAF est constituée majoritairement de grains proches de l'orientation Cube, alors que dans le cas du matériau LAC, peu de grains sont associés à une orientation relativement proche de la position idéale Cube. Cette différence ne peut être perçue par mesures des textures globales en diffraction X, les textures ainsi mises en évidence étant

difficilement distinguables. Cependant la valeur de l'énergie stockée (valeur quasi-nulle $ES=0,11 \text{ J.mol}^{-1}$), calculée à partir de l'analyse des profils de raies de diffraction X, permet de confirmer la relative stabilité de l'orientation Cube à l'état déformé LAF $\Delta = 90 \%$ M_S . La microstructure présente en effet des zones de faible taille (de l'ordre de $10^5 \mu\text{m}^2$ dans le plan de laminage) d'orientation proches de Cube, et voisines de grains déformés C et/ou S. Les essais *in-situ* ont montré que seule l'orientation Cube germe et croît au cours de la recristallisation. La germination polygranulaire dans les zones de forte hétérogénéité observée dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90 \%$ M_C n'a pas lieu dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90 \%$ M_S . Nous pouvons clairement parler ici de germination et croissance orientées pour l'orientation Cube, lui permettant de dominer la texture de recristallisation.

3.7.3 Effet de la composition en zinc dans l'alliage Cu-%Zn sur les textures de recristallisation

Les mesures globales des textures par diffraction X montrent que la quantité de matériau orienté Cube devient quasi-nulle dans l'alliage CuZn33, tandis que celle associée à la quantité de matériau orienté BR augmente avec l'ajout de zinc. Précédemment, il fut émis l'hypothèse que les bandes de cisaillement, qui tendent à se former plus facilement lors de la déformation plastique de laitons- α fortement alliés, détruisent, par interaction avec les bandes de transition de type Cube, les sites potentiels de germination de cette composante [Ridha 82]. Ceci n'est pas confirmé par les calculs de DFG des FDO, puisqu'une quantité d'orientation Cube plus importante pour une valeur de dispersion moins élevée est obtenue dans le cas du matériau CuZn33 recristallisé. La germination de l'orientation Cube serait donc plus effective dans le cas du matériau CuZn33. La composante BR ne possède quant à elle aucun avantage apparent ni de germination, ni de croissance. Il est supposé que cette orientation prend naissance près des bandes de cisaillement de type Bs, la relation d'orientation entre ces deux composantes étant équivalente à 40° autour de l'axe $\langle 111 \rangle$. Les mesures locales montrent, dans le cas du matériau CuZn15, que la texture de recristallisation acquiert son caractère dispersé au tout début du processus, le maclage de recuit contribuant à disperser la distribution des orientations. Les orientations BR et Cube ayant été détectées dans des zones de fortes hétérogénéités, nous pouvons supposer que le mécanisme majoritaire, contribuant à conditionner la texture de recristallisation, est similaire à celui observé par mesures EBSD dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70 \%$, *i.e.* germination polygranulaire avec processus de maclage multiple.

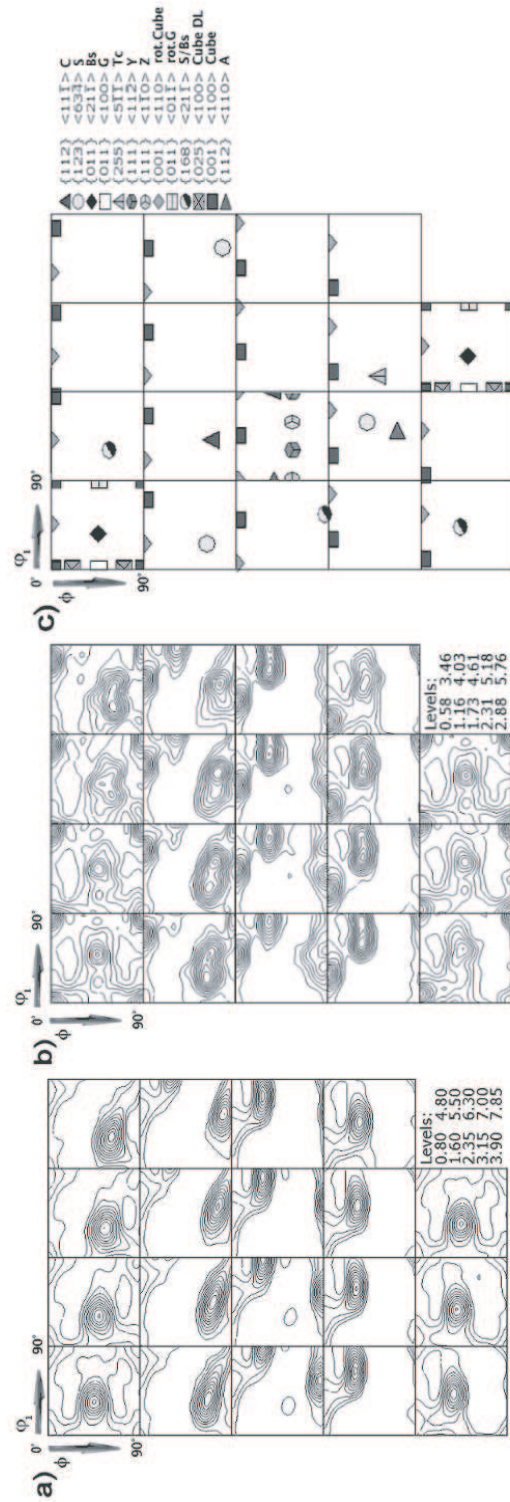


FIG. 3.61 – a) FDO état LAC cuivre électrolytique. b) FDO état recristallisé industriel cuivre électrolytique, après LAF $\Delta = 70$ %. c) Orientations idéales.

Orientations idéales	Intensité f(g)		Largeur à mi-hauteur (b ₀ , en °)		Fraction volumique (X _v)	
			dispersion (w ₀ , en °)			
	LAC	LAF + recuit	LAC	LAF + recuit	LAC	LAF + recuit
Bs	8,0	4,7	17 10	24 14	0,16	0,13
S	7,3	6,0	19 11	20 12	0,33	0,22
C	6,6	4,7	18 11	30 18	0,15	0,35
G	3,1	1,9	23 14	29 17	0,07	0,11
Cube	2,9	6,1	38 23	25 15	0,28	0,17

TAB. 3.5: Résultats de la DFG des FDO du cuivre des états LAC et LAF $\Delta = 70$ % plus recuit.

Chapitre 4

Simulation numérique

Dans ce chapitre, les premiers tests de modélisation sont présentés afin de vérifier certaines des hypothèses expérimentales. Des tests complémentaires sont réalisés actuellement et seront publiés très prochainement.

Les algorithmes de type Monte-Carlo (MC) sont aujourd'hui des techniques standard permettant la modélisation du processus de recristallisation. Plusieurs variantes de modèles MC ont vu le jour ces dernières années. En particulier, nous retiendrons les travaux de Srolovitz et collaborateurs [Srolovitz 86]. Ces derniers ont permis une meilleure compréhension des mécanismes de recristallisation. Cependant, certains phénomènes basiques ne sont toujours pas correctement expliqués. En particulier, dans le cas des métaux cfc (le cuivre et ses alliages, par exemple), l'étape de germination comporte un flou, quant à l'interprétation de son influence sur les texture et microstructure finales obtenues après recristallisation. Un certain nombre d'hypothèses de germination ont été introduites lors de simulations MC, tentant en vain d'expliquer les résultats issus d'observations expérimentales [Humphreys 95], [Miroux 99].

Si de nombreux modèles MC partent d'une microstructure "artificielle" (c'est-à-dire issue de calculs de déformation plastique, par exemple), dans notre cas, la microstructure de départ (MC step 0), ainsi que les orientations en chacun des points du réseau correspondent, dans les cas traités, aux cartographies d'orientations issues des mesures expérimentales par EBSD dans le MEB. C'est le cas aujourd'hui de quelques modèles MC développés, la considération de paramètres expérimentaux tel que la microstructure, les orientations locales, l'énergie stockée voire la texture globale permettant une meilleure description du processus de recristallisation. En particulier, notons les travaux de Baudin *et al.* et Caleyó *et al.* prenant en compte les microstructures et orientations locales, déterminées expérimentalement par MET et MEB, comme point de départ de la modélisation par modèle MC [Baudin 00], [Caleyó 02]. Plus récemment, Choi, après mesures EBSD dans le MEB, utilise l'indice de qualité comme indicateur de l'énergie stockée à une échelle locale dans le but d'expliquer le développement des microstructures par modèle MC dans des aciers IF [Choi 02].

Dans le cadre de ce travail, plusieurs types de germination sont introduits, permettant la vérification des hypothèses émises précédemment [Tarasiuk 02b]. Une description du

modèle établi et développé est faite, les principales lois et hypothèses contenues dans la simulation étant ensuite explicitées.

4.1 Description du modèle

4.1.1 Généralités

Les calculs sont réalisés à partir d'un réseau triangulaire de 150*150 points, la taille de ce dernier étant relative aux surfaces mesurées par EBSD. Un noeud du réseau correspond donc à un micromètre. A chaque site est attribué un indice i , chacun de ces sites ayant six voisins. Le réseau hexagonal obtenu par mesures EBSD est conservé lors de la simulation Monte-Carlo.

4.1.2 Distribution des orientations cristallines

La technique d'EBSD permettant la détermination de l'orientation cristalline en un point donné du réseau, un triplet d'angle d'euler $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ est alors associé à chaque noeud du réseau. L'ensemble des orientations g_i ne se limite pas à un nombre restrictif d'orientations, mais peut changer de manière continue au sein de l'espace des angles d'Euler.

4.1.3 Distribution de l'énergie stockée

L'utilisation de l'indice de qualité q , mesuré pour chaque point par EBSD, conduit à une première approximation de l'énergie stockée. Rappelons que cet indice est relié à l'état d'écrouissage de la surface du matériau mesurée, et que plus celui-ci est élevé, plus faible est la densité de dislocations. La relation directe entre l'indice q et l'énergie stockée n'est pas clairement définie au jour d'aujourd'hui. Dans le modèle développé cette relation est établie comme étant *linéaire* en première approximation. Chaque noeud du réseau dans le modèle est alors caractérisé par une valeur d'énergie stockée H_i , calculée à partir de l'indice q du point mesuré par EBSD :

$$H_i = \begin{cases} 0 & q \geq q_{\max} \\ H_{\max} \cdot \left(\frac{q - q_{\min}}{q_{\max} - q_{\min}} + q_{\min} \right) & q \in [q_{\min}, q_{\max}) \\ H_{\max} & q < q_{\min} \end{cases} \quad (4.1)$$

où q_{\min} et q_{\max} représentent les valeurs minimale et maximale de q , et H_{\max} équivaut à l'énergie stockée maximum pour chacun des sites.

Dans le cas du cuivre électrolytique LAF $\Delta = 70$ %, la valeur de q varie de 0 à 65, le maximum de la distribution étant situé dans la zone très étroite 55-65. La distribution de l'énergie stockée en fonction de l'indice de qualité q est représentée sur la figure 4.1.

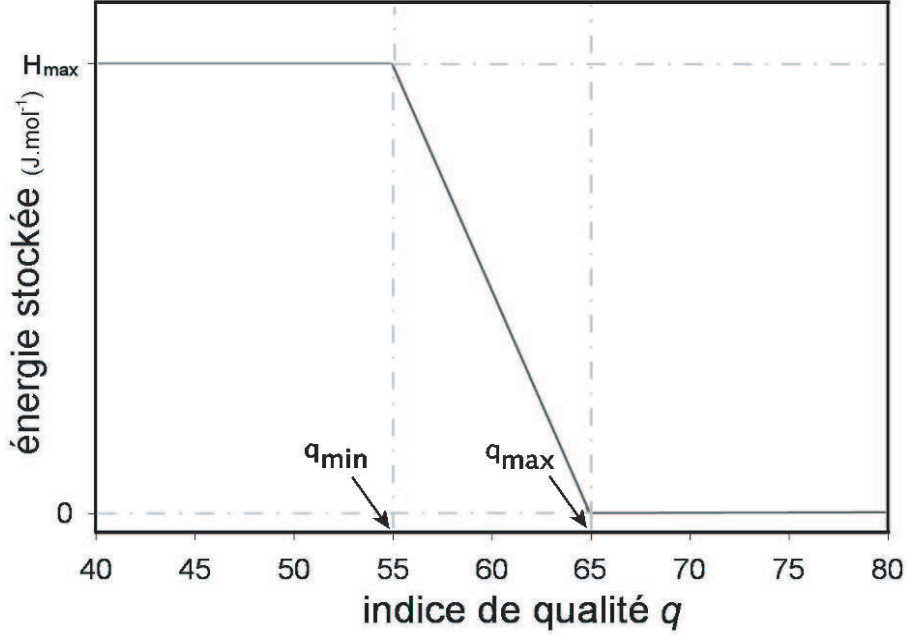


FIG. 4.1 – Evolution de l'énergie stockée en fonction de l'indice de qualité q . Cas du cuivre électrolytique LAF $\Delta = 70\%$.

4.1.4 Energie de joint

Cette énergie représentative de chaque paire de points voisins, d'orientations respectives g_1 et g_2 est calculée selon :

$$\gamma(g_1, g_2) = \begin{cases} \gamma_{\max} \cdot \frac{\omega}{\theta} \cdot [1 - \ln(\frac{\omega}{\theta})] & \omega < \theta \\ \gamma_{\max} & \omega \geq \theta \end{cases} \quad (4.2)$$

où γ_{\max} correspond au maximum de la valeur de l'énergie de joint et θ est une limite arbitrairement choisie pour les joints de grand angle (dans le modèle présenté, cette limite est de l'ordre de 15°).

L'angle de désorientation ω entre les orientations g_1 et g_2 est calculé à partir de la relation [Matthies 87]:

$$\cos(\omega) = \frac{\max \text{trace}(g_i) - 1}{2} \quad (4.3)$$

avec :

$$g_i = C_i \cdot g_2 \cdot g_1^{-1} \quad (4.4)$$

où g est la matrice de rotation permettant le passage de l'orientation g_1 à l'orientation g_2 . En définitive, l'énergie de joint J_i pour chacun des sites est exprimée par la somme des énergies de joint associées aux six voisins :

$$J_i = \sum_k \gamma(g_i, g_k) \quad (4.5)$$

k représentant l'indice associé à l'un des six voisins du site i .

4.1.5 Hypothèses de germination

Les sites de germination sont introduits dans le réseau avant le début de la simulation MC de la recristallisation; ceci a comme conséquence la considération de la *germination orientée* comme mécanisme de base de la simulation [Okuda 02]. Une valeur nulle de l'énergie stockée est alors associée à ces germes. Cependant, ces derniers conservent les orientations déterminées expérimentalement. Contrairement à notre cas, l'hypothèse de la *croissance orientée* implique la considération de germes orientés aléatoirement croissant de manière sélective grâce à une forte mobilité.

Six hypothèses différentes de germination sont introduites et testées lors de la modélisation.

- * Germination pour laquelle les sites potentiels sont distribués de façon aléatoire (germination aléatoire, *type 1*).
- * Création des germes au niveau des sites de basses valeurs de l'énergie stockée (*type 2*).
- * Création des germes au niveau des sites de fortes valeurs de l'énergie stockée (*type 3*).
- * La probabilité de germination est proportionnelle à la désorientation moyenne entre un site donné et ses voisins. Le nombre de voisins pris en compte dans ce cas est un paramètre du modèle. La désorientation est calculée selon l'équation 4.3. Les germes sont créés aux sites associés à une valeur élevée de la désorientation (*type 4*).
- * Germination aux sites de basse énergie stockée et de forte désorientation (*type 5*).
- * Germination aux sites de forte énergie stockée et de forte désorientation (*type 6*).

La germination aléatoire est la plus utilisée dans les modèles Monte-Carlo. Elle permet de créer une microstructure par croissance à partir de germes dans les différentes zones de la matrice déformée. Cependant, l'introduction de nouveaux types permet une vérification des observations expérimentales.

4.1.6 Algorithme Monte-Carlo

La modélisation MC est basée sur la diminution de l'énergie globale au cours de la simulation du processus de recristallisation. Chaque étape MC consiste en N tentatives de modification de l'état d'un site individuel choisi de façon aléatoire, où N est le nombre total de sites du réseau. Pour un site i sélectionné donné, l'orientation g_i prend temporairement celle d'un des sites voisins, et son énergie stockée est réduite à zéro (ceci afin de simuler l'étape de germination et la croissance locale du grain voisin sélectionné). Une nouvelle valeur de l'énergie de joint J_i^* est dès lors calculée et la variation de l'énergie totale pour le $i^{\text{ème}}$ point est exprimée par :

$$\Delta E = J_i^* - (J_i + H_i) \quad (4.6)$$

Ce changement temporaire est accepté de manière définitive suivant la probabilité :

$$p = \begin{cases} m(\omega) & \Delta E \leq 0 \\ m(\omega) \cdot \exp \frac{-\Delta E}{kT} & \Delta E > 0 \end{cases} \quad (4.7)$$

La fonction $m(\omega)$ décrit la mobilité du joint de grains [Humphreys 95]. Elle est décrite selon l'expression :

$$m(\omega) = m_{\max} \left[1 - \exp \left(- \left(\frac{\omega}{\theta} \right)^3 \right) \right] \quad (4.8)$$

La procédure MC est répétée jusqu'à recristallisation complète, c'est-à-dire quand la valeur de l'énergie totale tend vers zéro.

Remarques : dans le modèle utilisé, au cours de la simulation du processus de recristallisation, les sites associés à l'état recristallisé peuvent voir leur orientation changer, mais à la condition que le site voisin imposant son orientation soit associé à l'état recristallisé. Ce changement s'effectue quand il conduit à une configuration de plus basse énergie. Un autre cas de figure est possible: le cas où un site associé à l'état déformé impose son orientation à l'un de ses voisins appartenant à l'état déformé également. La baisse d'énergie ainsi provoquée s'apparente à un mécanisme de restauration. Le seul cas de figure interdit, ne reflétant d'ailleurs aucune réalité physique, est celui pour lequel un site "déformé" impose son orientation à un site voisin "recristallisé".

4.2 Résultats

Plusieurs tests de simulation ont été effectués sur le matériau cuivre LAF $\Delta = 70$ %, le but étant de déterminer les lois et mécanismes conduisant à l'obtention d'une texture relativement isotrope après recristallisation (cf. paragraphes 3.3.1 et 3.4.1). La microstructure de départ (MC step 0) prend en compte les orientations, les distributions des joints de grains et les tailles de grains déterminées par technique d'EBS. Les indices de qualité, associés à chacun des points, sont transformés en valeurs d'énergie stockée selon l'équation 4.1. Le facteur thermodynamique $\frac{\Delta E}{kT}$ prend des valeurs comprises entre 0,1 et 0,5 (relié à l'énergie stockée). La fraction de germes (par rapport au nombre total de points) au sein de la matrice déformée a été fixée à 0,02. Le paramètre H/J peut varier de manière significative. Les tests réalisés sur le matériau LAF $\Delta = 70$ % montrent que les résultats les plus probants sont associés à des valeurs comprises entre 1 et 2. La valeur finalement sélectionnée est de 1,5.

Chaque procédure MC a été appliquée sur cinq scans EBS de l'état déformé séparément. Les données sont ensuite compilées et permettent d'obtenir les informations suivantes :

- * les cinétiques de recristallisation, par considération de la loi d'Avrami,
- * les distributions des tailles de grains, directement comparées avec celles obtenues à partir des mesures expérimentales EBS sur les états recristallisés,

* les distributions des orientations par calculs des FDO à partir des états recristallisés modélisés.

Chacune des hypothèses faites sur les mécanismes de germination a été appliquée. Les résultats les plus prometteurs correspondent aux mécanismes de germination dans les régions du matériau pour lesquelles l'énergie stockée est maximale (*type 3*), ainsi que les régions fortement désorientées (*type 4*). En définitive, les meilleurs résultats sont obtenus par combinaison des deux types de mécanismes de germination : dans les zones fortement désorientées (avec prise en compte des voisins d'ordre 4, soient jusqu'à 60 voisins pour un site) et associées à des valeurs élevées de l'énergie stockée (*type 6*).

4.2.1 Evaluation de la cinétique de recuit

L'expression analytique classique proposée par Johnson, Mehl, Avrami et Kolmogorov (JMAK) [Humphreys 95] conduit à exprimer la fraction recristallisée X_v selon l'équation :

$$X_v = 1 - \exp(-rt^n) \quad (4.9)$$

où t est le temps d'incubation, r est fonction du taux de germination et n dépend des taux de germination et de croissance (coefficient d'Avrami).

L'équation 4.9 peut être réécrite :

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1 - X_v} \right) \right] = \ln(r) + n \ln(t) \quad (4.10)$$

La cinétique selon la considération de la loi d'Avrami conduit à une évolution quasi-linéaire du tracé effectué et à un coefficient d'Avrami de l'ordre de 1,4 (figure 4.2). Cette valeur est proche de celles obtenues par une approche JMAK de croissance des grains en deux dimensions [Okuda 01], [Walasek 01].

4.2.2 Microstructure et taille de grains

Les microstructures prévues par le modèle MC sont en accord avec celles mesurées expérimentalement par EBSD, comme le montre la figure 4.3.

Cependant, comme cela a été souligné précédemment lors de l'étude expérimentale (cf. paragraphe 3.4.1), une fraction non négligeable de grains issus du processus de maclage (jusqu'à une troisième génération) conduit à modifier la microstructure de l'état recristallisé. En aucun cas, la microstructure ne présente un seul grain associé à une des orientations issues du processus de maclage. Cela confirme en tous les cas que le maclage de déformation ne crée pas de germes susceptibles de croître au cours de la recristallisation. Il serait nécessaire afin de reproduire correctement la morphologie de la microstructure simulée, d'introduire par la suite le mécanisme de maclage de recuit au tout début de la recristallisation, *i.e.* en parallèle de l'étape de germination. La difficulté réside dans la détermination des cinétiques de maclage, puisqu'aucune technique, ni méthode à l'échelle microscopique

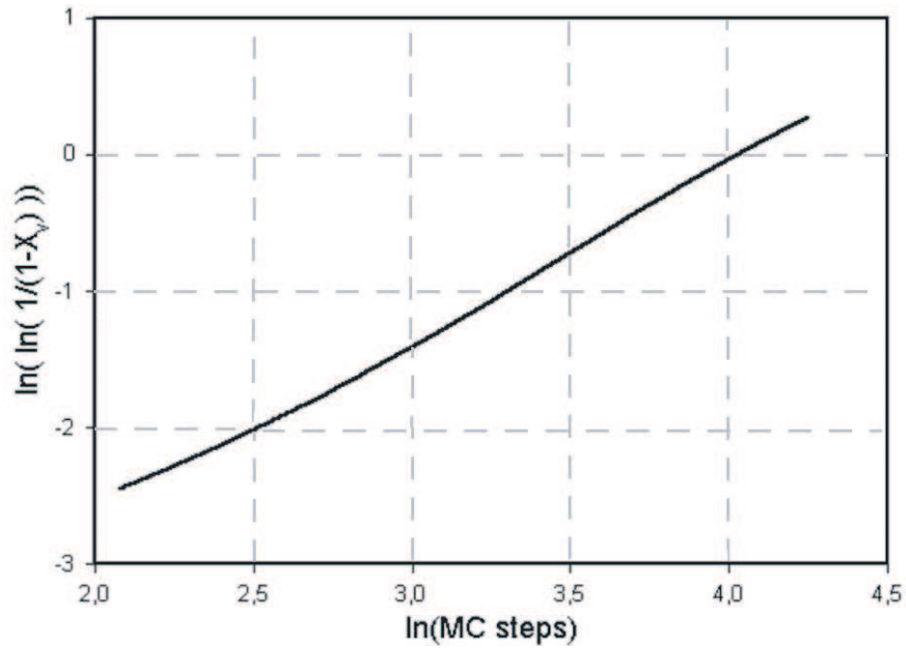


FIG. 4.2 – Tracé Avrami traduisant la cinétique de recristallisation simulée dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$.

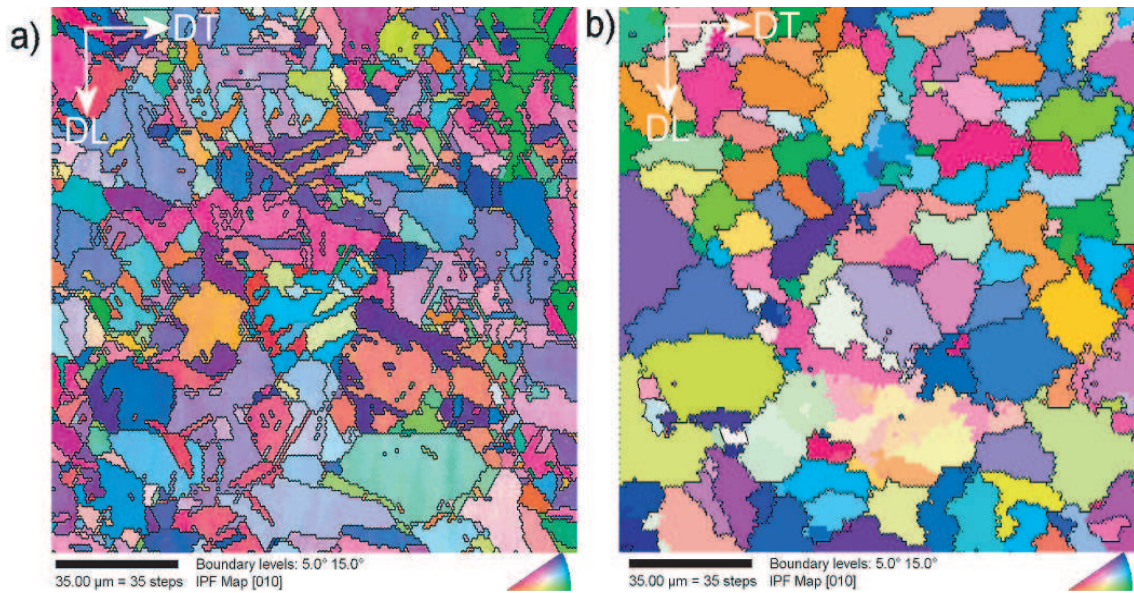


FIG. 4.3 – Microstructures des états recristallisés dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$.
a) Expérimentale. b) Simulée (mécanisme de germination type 6).

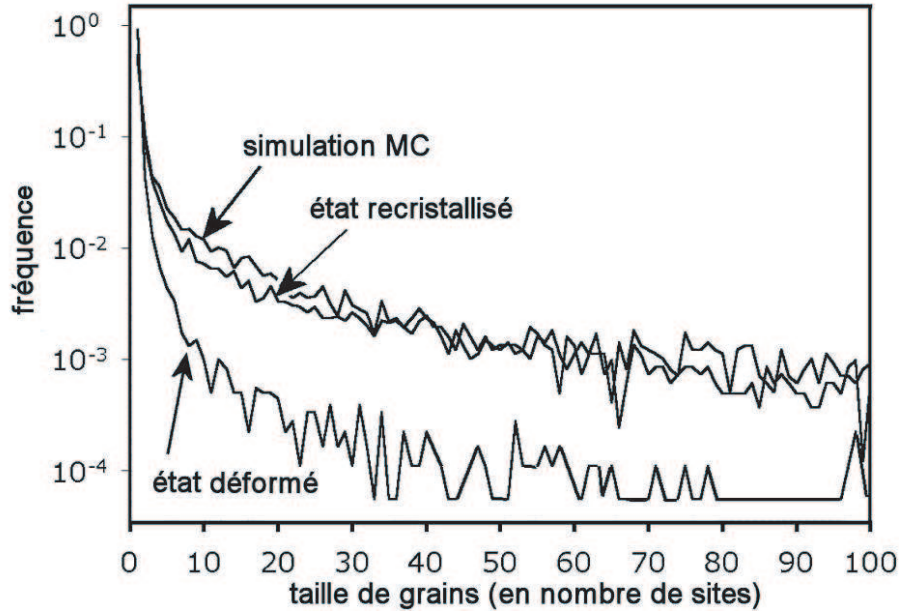


FIG. 4.4 – Distribution de la taille des grains pour les états déformé et recristallisés (expérimental et modélisé).

n'ont été développées permettant une étude précise du processus de maelage. Les distributions de tailles de grains (en nombre de sites, chacun des sites faisant $1 \mu\text{m}^2$) des états recristallisés expérimental et modélisé sont quasi-identiques, dénotant une bonne corrélation entre l'aspect expérimental et l'aspect modélisation (figure 4.4).

4.2.3 Texture cristallographique

Une approche plus quantitative consiste à considérer la texture cristallographique par étude de la FDO. Les sections à φ_2 constante (0 , 45° et 65°) des FDO calculées à partir de la microstructure simulée pour deux hypothèses de germination (*type 3* et *type 6*) sont représentées à la figure 4.5.

Sur cette même figure, les sections à φ_2 constante des FDO calculées à partir des mesures EBSD dans le MEB des états déformé et recristallisé sont explicitées. De manière générale, les textures calculées après simulation sont en accord avec la texture de recristallisation déterminée expérimentalement. L'orientation Cube se renforce dans les deux cas présentés de mécanismes de germination (*type 3* et *type 6*), les valeurs de l'intensité étant comparables à celles de l'état recristallisé expérimental. La composante Bs, quant à elle, a tendance à se disperser et possède une valeur d'intensité à la position idéale relativement faible. Les composantes C et S sont également présentes au sein de la texture de recristallisation modélisée, de plus faibles intensités qu'à l'état déformé, et légèrement plus dispersées. Dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$, le modèle MC permet donc

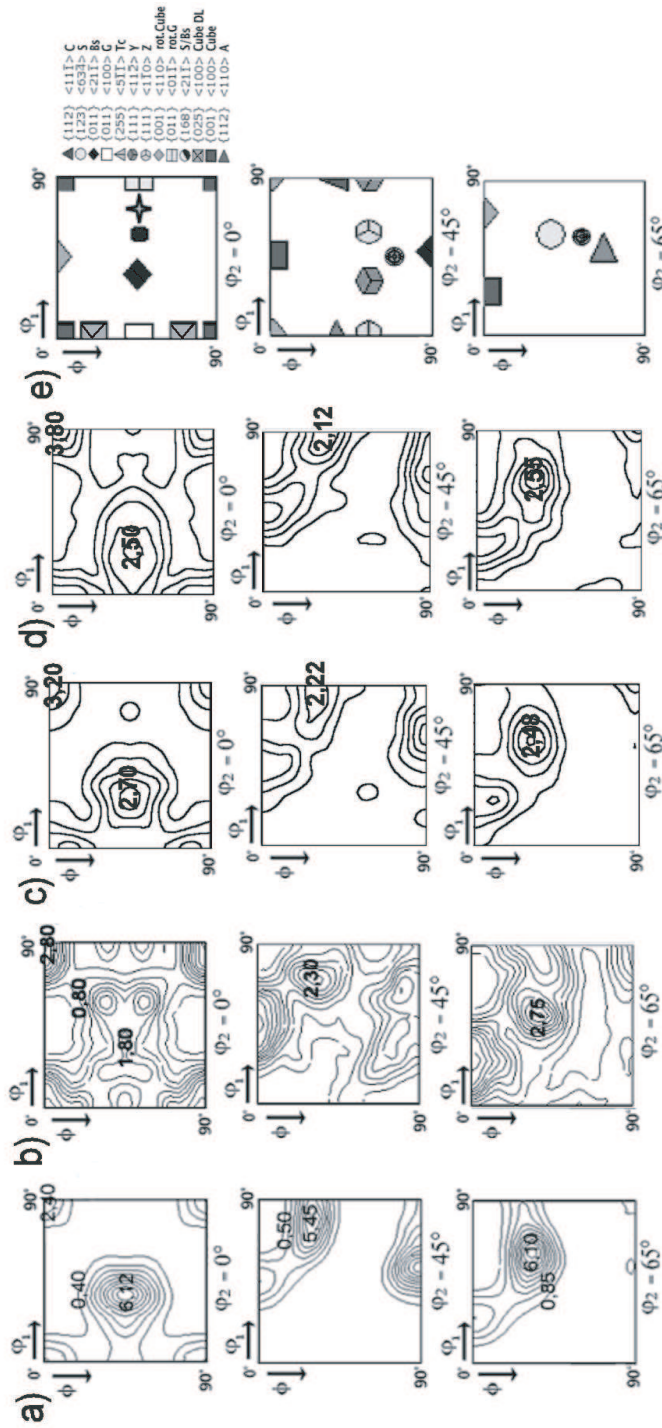


FIG. 4.5 – Sections à φ_2 constante (0° , 45° et 65°) des FDO calculées à partir des données EBSD. a) Etat déformé. b) Etat recristallisé expérimental. c) Etat recristallisé simulé, mécanisme de germination type 3. d) Etat recristallisé simulé, mécanisme de germination type 6. e) Orientations idéales.

par considération des mécanismes de germination de *type 3* et de *type 6* de reproduire le renforcement de la composante Cube et la rétention des composantes de déformation Bs, S et C au cours du processus de recristallisation. Cependant, les composantes de maclage (en particulier, nous pensons aux composantes BsM et CubeM) ne sont pas reproduites par le modèle, comme l'a auparavant montré l'examen d'une des microstructures après simulation MC, explicitée au paragraphe 4.2.2.

4.3 Conclusions

Le modèle Monte-Carlo permet le suivi des orientations locales à partir de cartographies d'orientations mesurées par EBSD. La simulation a été appliquée au matériau cuivre LAF $\Delta = 70$ %. Les résultats - cinétique de recuit, distribution de la taille de grains, microstructure et textures de recristallisation - prenant en compte une germination dans les zones de fortes désorientations locales et dans les zones pour lesquelles l'énergie stockée est la plus élevée sont les plus prometteurs. Si les distributions de taille de grains simulées sont relativement proches des distributions expérimentales des états recristallisés, certaines orientations ne sont pas générées par la simulation appliquée. En particulier, ce sont les composantes reliées au processus de maclage de recristallisation, qui, comme nous l'avons vu précédemment (cf. paragraphe 3.4.1), peuvent générer dans ce matériau plusieurs générations de macles. D'autre part, la relation entre l'énergie stockée et l'indice de qualité q , supposée être linéaire pour des valeurs de q_{min} et q_{max} , se doit d'être reconsidérée. Cependant, l'indice de qualité q peut être utilisé en première approximation comme indicateur des valeurs de l'énergie stockée à l'échelle locale. Expérimentalement, dans le matériau LAF $\Delta = 70$ %, la germination de l'orientation Cube après restauration correspond au *type 5*, puis la germination d'autres orientations correspond au *type 6*. La seule considération du mécanisme de germination de *type 6* conduit à reproduire approximativement la texture expérimentale par simulation Monte-Carlo. La considération des deux mécanismes de *type 5* et de *type 6* se doit d'être faite. Mais la difficulté réside dans la détermination des cinétiques de germination et de croissance propres aux deux mécanismes.

Conclusions et perspectives

Les mécanismes de recristallisation statique après laminage à froid ont été étudiés dans le cuivre électrolytique et deux laitons- α (CuZn15 et CuZn33) au travers d'une caractérisation complète des états de déformation, de quelques états partiellement recristallisés - pour des valeurs représentatives de la fraction recristallisée - et des états recristallisés. En particulier dans le cas du cuivre électrolytique, les étapes de germination diffèrent pour les deux matériaux comparés LAF $\Delta = 70\%$ et $\Delta = 90\%$ (M_C). Bien que dans les deux cas, l'orientation Cube au tout début de la recristallisation passe par une étape de *restauration* - lui assurant hypothétiquement une germination et croissance effectives -, dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$, une texture relativement dispersée est obtenue en fin de recristallisation. Les mesures locales ont montré que cette restauration - mise en évidence par quantification des textures globales par DFG des FDO - a lieu dans des grains Cube $\{100\}\langle 001 \rangle$ de morphologie particulière, provoquant la germination d'un grain Cube ne pouvant croître par la suite. En parallèle, une *germination intergranulaire*, que nous appelons *polygranulaire*, conduit en premier lieu au développement de l'orientation Cube, comme l'ont montré les investigations de l'étape de germination par EBSD. Celle-ci ne possédant pas non plus de cinétique rapide de croissance, son développement relativement lent est accompagné par la formation de germes d'autres orientations (en particulier des orientations dérivées des principales composantes de la texture de déformation). Cette germination et croissance de ces orientations en développement dans les *zones de fortes hétérogénéités de déformation* n'étant pas de cinétiques relativement différentes, aucun avantage de croissance évident n'étant observé, la texture obtenue en fin de processus est relativement dispersée, reflet de cette *germination multiple*. La microstructure acquiert de plus une morphologie particulière, comme le montre la distribution de la taille de grains explicitée, ce qui est dû en partie au *maclage de recristallisation* durant le processus de recristallisation, provoquant la formation jusqu'à la troisième génération de macles. Dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ (M_C), cette étape de restauration est observée dans les *bandes de transition Cube-G*, permettant à l'orientation Cube de se développer avec une haute fréquence et une cinétique rapide, puisque ces bandes de transition se trouvent de plus proches de grains déformés d'orientation S. La relation d'orientation $40^\circ \langle 111 \rangle$, associé à un joint de grains particulièrement mobile dû à sa géométrie quelque peu spéciale, assure à la composante Cube une croissance effective dans ce matériau selon DN et selon DT. Cependant, bien que n'étant pas mise en évidence par analyse des textures

globales (n'étant dès lors pas déterminante dans le conditionnement de la texture de recristallisation), une germination multiple polygranulaire a également lieu dans les zones de fortes hétérogénéités de déformation (zones pour lesquelles la désorientation locale est particulièrement élevée). Elle reste limitée, c'est-à-dire qu'elle ne conduit au développement d'orientations diverses (Cube et un ensemble d'autres orientations) que selon la direction de laminage. Le taux de croissance étant quasi-nul dans ces zones, ces orientations finissent par macler (de même une troisième génération de macles a été mise en évidence), freinant et stoppant leur déploiement au sein de la matrice. Seules la germination et la croissance de l'orientation Cube au sein des bandes de transition permettent en définitive la constitution de la texture de recristallisation de type Cube. L'hypothèse combinée *germination orientée / croissance orientée* représente une théorie cohérente avec les résultats explicités dans ce manuscrit. Cette hypothèse est d'autant plus vérifiée pour le matériau LAF $\Delta = 90\%$ (M_S), pour lequel seule une germination de l'orientation Cube a été mise en évidence par essais *in-situ* dans le MEB. La microstructure particulière associée à ce matériau, *i.e.* des zones proches de la composante Cube stabilisées après déformation, et voisines de grains d'orientations C et/ou S, permet la formation spontanée d'une texture de recristallisation à orientation unique Cube.

La simulation effectuée à partir d'un code Monte-Carlo, prenant en compte les données EBSD à l'état déformé, permet dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$ de reproduire la germination multiple polygranulaire observée expérimentalement. La texture de recristallisation obtenue diffère quelque peu de celle mesurée expérimentalement. Nous pensons que le mécanisme de maclage, qui n'est pas reproduit par le modèle, introduit dans la texture locale une quantité non-négligeable d'orientations nouvelles, venant accentuer la dispersion des orientations à l'état recristallisé. Afin de vérifier cette hypothèse, il serait dès lors nécessaire d'introduire le processus de maclage dans la simulation. Mais la difficulté réside dans la détermination expérimentale des cinétiques de maclage, ainsi que dans l'évaluation de la relation entre processus de maclage et orientation cristalline.

La considération de la différence maximale des valeurs de l'énergie stockée, déterminée pour les principales composantes de la texture de déformation, nous conduit à effectuer une distinction notable entre les matériaux LAF $\Delta = 70\%$, $\Delta = 90\%$ (M_C et M_S). En effet, cette différence ne fait que croître avec le taux de déformation, et est d'autant plus importante dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ (M_S); si les valeurs de densités de dislocations et de l'énergie stockée associées aux orientations Bs, C, S et G ne font que croître avec le taux de déformation, l'orientation Cube quant à elle voit sa valeur diminuer avec cette augmentation. Ceci renforce l'idée d'une relative stabilité du volume de matériau orienté Cube au sein de la microstructure de déformation aux plus forts taux de réduction. Enfin, la valeur d'énergie stockée la plus basse relative à l'orientation Cube est obtenue dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ M_S , pour lequel la quantité de matériau orienté Cube dans les texture et microstructure du matériau avant déformation par LAF est relativement élevée. Des études plus précises doivent être réalisées, afin de déterminer l'influence exacte de ce paramètre sur les mécanismes de recristallisation.

L'étude réalisée sur les laitons- α ne permet pas de tirer de conclusions quant aux mécanismes induits lors de la recristallisation. Le mécanisme de maclage de recuit est cependant plus actif et pourrait conduire à disperser d'autant plus la texture de recristallisation. Un mécanisme de germination multiple polygranulaire a été mis en évidence par EBSD dans le matériau CuZn15. Il conduit, comme dans le cas du cuivre LAF $\Delta = 70\%$, à la croissance d'un ensemble d'orientations sans avantage certain de développement pour certaines en particulier. L'orientation BR $\{236\}\langle 385 \rangle$ se développe dans ces matériaux et est d'autant plus intense dans le matériau CuZn15, faisant ainsi écran à la théorie de la germination de cette orientation au sein de bandes de cisaillement de type Bs. Cependant, aucune investigation EBSD n'a été faite dans le matériau CuZn33, nous ne pouvons ainsi pas affirmer que la fréquence de ces bandes de cisaillement est d'autant plus importante aux plus fortes teneurs en zinc.

L'anisotropie caractéristique d'un matériau après recristallisation statique est donc déterminée principalement par les textures globales et les microstructures développées après déformation à froid, renforçant l'idée de la nécessité d'un contrôle de l'étape de LAF. Une microstructure hétérogène observée aux taux de réduction par LAF dans le cas du cuivre $\Delta < 90\%$ et après recristallisation (taille de grains, distribution d'orientations...) conduit à minimiser cette anisotropie au travers de cette germination qualifiée de multiple polygranulaire. Il est donc nécessaire, si l'objectif industriel est d'obtenir un matériau en fin de mise en forme le moins anisotrope possible, par exemple un métal (ou un alliage) pour lequel seront formés des emboutis avec absence de cornes, de jouer avec les paramètres taux de déformation, textures précédant les étapes de LAF, temps et température de recuit... Nous avons en effet vu dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ (M_C) qu'une augmentation de la température de recuit, lors des essais *in-situ* dans le MEB, provoque le renforcement de la composante Cube au sein de la microstructure. Industriellement, ce type de processus - qui peut être associé à une croissance anormale des grains - peut être généré par un temps plus long d'incubation pour des températures moyennes de recuit. Ceci peut être évité par une augmentation de la température de recuit, tout en abaissant le temps d'incubation.

D'autres investigations expérimentales doivent être effectuées par la suite sur les laitons- α , en particulier des essais *in-situ* dans le MEB afin de déterminer les sites de germination préférentielle des orientations Cube et BR. Les études doivent également considérer l'influence du taux de déformation sur les mécanismes de recristallisation. Existe-t-il de même que dans le cuivre un seuil de déformation pour lequel les orientations Cube et/ou BR dominant complètement la texture?...Des mesures d'énergie stockée sur les principales composantes de textures des matériaux CuZn15 et CuZn33 (par acquisition de profils de raies de diffraction X) permettraient de déterminer encore une fois le rôle joué par ce qui est considéré comme la force motrice de la recristallisation.

Le code Monte-Carlo est actuellement en cours de développement et sera prochainement adapté aux matériaux LAF $\Delta = 90\%$ M_C et M_S . Cependant, une nouvelle relation entre l'indice de qualité q et l'énergie stockée doit être considérée, une simple relation linéaire étant peu satisfaisante. En particulier, nous tenterons par la suite de reproduire les deux

mécanismes de germination observés dans le cas du matériau LAF $\Delta = 90\%$ M_C , *i.e.* aux bandes de transition et dans les zones de fortes hétérogénéités de déformation. Une simulation par un code éléments finis devrait également permettre d'évaluer les paramètres majeurs conduisant à la formation lors de l'étape de déformation des zones relativement déformées et des bandes de transition Cube-G. La simulation de l'étape de recristallisation partant d'une microstructure générée par modélisation éléments finis devrait en effet conduire à affiner les lois de germination et croissance.

Afin de déterminer l'influence exacte du maillage de recuit sur les mécanismes et les cinétiques de la recristallisation, une étude complète de caractérisation des états déformés, partiellement recristallisés et recristallisés dans des alliages d'aluminium est à envisager. Dû à une importante valeur de l'énergie de faute d'empilement, il est établi que le maillage de recristallisation est inactif lors de la recristallisation de ce type d'alliages. Il serait dès lors nécessaire de déterminer dans un premier temps l'existence ou non d'un seuil critique de déformation à partir duquel l'orientation Cube domine la texture de recristallisation, et dans un deuxième temps d'évaluer le degré de dispersion de la texture de recristallisation pour toute valeur de la déformation précédant le seuil.

Bibliographie

- [Aust 59] K. Aust & J. W. Rutter. *Misorientation dependence of tilt grain boundaries in ultra-pure Sn and Al*. Trans. metall. Soc. AIME, vol. 215, pages 820–831, 1959.
- [Bacroix 00] B. Bacroix, O. Castelnau, A. Miroux & H. Réglé. *Relations between deformed grain orientations, stored energy and nucleation characteristics*. Risø international Symposium on metallurgy and materials science 21, Eds N. Hansen et al, 2000.
- [Bacroix 01] B. Bacroix, Ph. Gerber & O. Castelnau. *Relation between stored energy and nucleation mechanisms*. Recrystallization and Grain Growth- Proceedings of the First Joint International Conference, Eds G. Gottstein and D. A. Molodov, Springer Verlag, vol. 2, pages 623–633, 2001.
- [Barett 40] C. S. Barett. *Recrystallization texture of aluminium after compression*. Trans. Am. Soc. Metals, vol. 137, pages 128–133, 1940.
- [Bastie 96] P. Bastie & H. Hamelin. *La méthode de laue refocalisée à haute énergie : une technique d'étude en volume des monocristaux*. J. Physique, vol. C4-6, pages 13–21, 1996.
- [Baudin 00] T. Baudin, F. Julliard, P. Paillard & R. Penelle. *Simulation of primary recrystallization from TEM orientation data*. vol. 43, pages 63–68, 2000.
- [Baudin 01] T. Baudin, F. Julliard & R. Penelle. *Simulation du développement des textures de recristallisation par maclage multiple*. Journées Jointes de Grains et Recristallisation, Piriac-sur-Mer, 2001.
- [Beck 50] P. A. Beck & P. R. Sperry. *The orientation dependence of the rate of grain boundary migration*. J. Appl. Phys., vol. 21, pages 420–425, 1950.
- [Bellier 77] S. P. Bellier & R. D. Doherty. *The structure of deformed aluminium and its recrystallization - investigations with transmission Kossel diffraction*. Acta Mat., vol. 25, page 521, 1977.
- [Bunge 68] H. J. Bunge & J. Tobisch. *Bestimmung der walztextur des kupfers mit hilfe der neutronenbeugung*. Z. Metallkde., vol. 59, pages 471–475, 1968.

- [Bunge 82] H.J. Bunge. *Texture analysis in materials science*. Butterworths, london, 1982.
- [Burgers 31] W. G. Burgers & P. C. Louwerse. *Z. Physik*, vol. 67, pages 605–613, 1931.
- [Cahn 49] R. W. Cahn. *Recrystallization of single crystals after bending*. *J. Inst. Metals*, vol. 76, page 121, 1949.
- [Caleyo 02] F. Caleyo, T. Baudin & R. Penelle. *Monte-Carlo simulation of recrystallization in Fe-50pcNi starting from EBSD and bulk textures measurements*. vol. 46, pages 829–835, 2002.
- [Castelnau 00a] O. Castelnau, T. Ungar, M. Drakopoulos, A. Snigirev, I. Snigireva, C. Schroer, T. Chauveau & B. Bacroix. *Single grain analysis of strain hardening and internal stresses in cold rolled IF-Ti steel with a new high-resolution microdiffraction technique*. *Key Engn. Materials*, vol. 177-180, pages 147–152, 2000.
- [Castelnau 00b] O. Castelnau, T. Ungar, A. Miroux, T. Chauveau & B. Bacroix. *Orientation dependent intragranular stored energy in polycrystalline Ti-IF steel*. *Mater. Sci. Forum*, vol. 321-324, pages 720–725, 2000.
- [Chauveau 02] T. Chauveau, Ph. Gerber, P. Bastie, H. Hamelin, J. Tarasiuk & B. Bacroix. *Application de la méthode de laue refocalisée à haute énergie à l'étude des mécanismes de recristallisation après déformation à froid de métaux cfc*. *J. Phys. IV*, pages 107–114, 2002.
- [Chiron 95] R. Chiron, J. Fryet & P. Viaris. *Machine de traction in-situ et éprouvette pour microscopie électronique à balayage*. Brevet d'invention français délivré au CNRS, numéro 93 05169, BO de la propriété industrielle numéro 95/29, 1995.
- [Chiron 01] R. Chiron, Ph. Gerber, F. Prima, M. Vesper & B. Bacroix. *Suivi in-situ des évolutions microstructurales lors de traitements thermomécaniques dans un microscope électronique à balayage*. Journées d'Automne de la SF2M, 2001.
- [Choi 02] S. H. Choi. *Monte-Carlo technique for simulation of recrystallization texture in interstitial free steels*. International Conference on Texture of Materials 13, Seoul, Korea, printed in *Materials Sci. Forum*, vol. 1, pages 469–474, 2002.
- [Dillamore 74] I. L. Dillamore & H. Katoh. *A comparison of the observed and predicted deformation textures in cubic metals*. *J. Metal Sci.*, vol. 8, pages 21–27, 1974.
- [Dnieprenko 82] V. N. Dnieprenko, L. N. Larikov & E. N. Stoyanova. *Nature investigation of formation of dislocation structure in the different texture components of rolled copper*. *Phys. Met.*, vol. 4, page 917, 1982.

- [Doherty 78] R. D. Doherty. *Recrystallization of metallic materials*. Dr. Rieder Verlag, Berlin, 1978.
- [Doherty 88] R. D. Doherty, G. Gottstein, J. R. Hirsch, W. B. Hutchinson, K. Lücke, E. Nes & P. J. Wilbrandt. *Panel discussion on recrystallization texture*. International Conference on Texture of Materials 8, TMS, Warrendale, PA, 1988.
- [Doherty 95] R. D. Doherty, I. Samajdar, C. T. Necker, H. E. Vatne & E. Nes. *Nucleation of recrystallization in cold and hot deformed metals*. Risø international Symposium on metallurgy and materials science 16, Eds N. Hansen et al, 1995.
- [Doherty 98] R. D. Doherty, L. C. Chen & I. Samajdar. *Cube recrystallization texture - experimental results and modeling*. Mat. Sci. Engn. A, vol. 257, pages 18–36, 1998.
- [Driver 00] J. H. Driver, H. Paul, J-C. Glez & C. Maurice. *Relation between deformation substructure and nucleation in fcc crystals*. Risø international Symposium on metallurgy and materials science 21, Eds N. Hansen et al, 2000.
- [Duggan 90] B. J. Duggan, M. Sindel, G. D. Köhlhoff & K. Lücke. *Oriented nucleation, oriented growth and twinning in Cube texture formation*. Acta Mat., vol. 38, pages 103–111, 1990.
- [Duggan 93] B. J. Duggan, K. Lücke, G. Köhlhoff & C. S. Lee. *On the origin of Cube texture in copper*. Acta Mat., vol. 41, pages 1921–1927, 1993.
- [Engler 01] O. Engler. *Recrystallization textures in copper-manganese alloys*. Acta Mat., vol. 49, pages 1237–1247, 2001.
- [Erieau 02] P. Erieau & C. Rey. *Finite element modelling of the intragranular reorientation and stored energy induced by deformation in an IF-Ti steel aggregate submitted to channel die compression*. International Conference on Texture of Materials 13, Seoul, Korea, printed in Materials Sci. Forum, vol. 1, pages 389–394, 2002.
- [Eshelby 57] J. D. Eshelby. *The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems*. Proc. Roy. Soc., London, pages 376–396, 1957.
- [Etter 02] A. L. Etter, M. H. Mathon, T. Baudin, V. Branger & R. Penelle. *Influence of the cold rolled reduction on the stored energy and the recrystallization texture in a Fe-53pcNi alloy*. Scripta. Met., vol. 46, pages 311–317, 2002.
- [Gerber a] Ph. Gerber, J. Tarasiuk, T. Chauveau & B. Bacroix. *A quantitative analysis of the texture evolution during annealing of cold rolled copper*. En préparation.

- [Gerber b] Ph. Gerber, J. Tarasiuk, T. Chauveau, R. Chiron & B. Bacroix. *Etude des mécanismes de recristallisation dans les métaux cfc*. La Revue de Métallurgie, à paraître.
- [Gerber c] Ph. Gerber, J. Tarasiuk, R. Chiron & B. Bacroix. *General treatment methods of recrystallization mechanisms from EBSD Data*. En préparation.
- [Gerber 01a] Ph. Gerber, J. Tarasiuk, T. Chauveau, R. Chiron & B. Bacroix. *Experimental investigations of recrystallization mechanisms in copper alloys*. Recrystallization and Grain Growth- Proceedings of the First Joint International Conference, Eds G. Gottstein and D. A. Molodov, Springer Verlag, vol. 2, pages 767–772, 2001.
- [Gerber 01b] Ph. Gerber, J. Tarasiuk, R. Chiron & B. Bacroix. *Analyse EBSD quantitative de l'évolution microtexturale après déformation plastique et recristallisation statique de matériaux cuivre et alliages de cuivre*. Journées d'Automne de la SF2M, 2001.
- [Gerber 02] Ph. Gerber, J. Tarasiuk & B. Bacroix. *Influence of the rolling reduction on static recrystallization in copper*. International Conference on Texture of Materials 13, Seoul, Korea, printed in Materials Sci. Forum, vol. 408-412, pages 857–862, 2002.
- [Gottstein 85] G. Gottstein & H. Mecking. *Recrystallization*. Preferred orientation in deformed metals and rocks: an introduction to modern texture analysis, Academic Press, 1985.
- [Gottstein 02] G. Gottstein. *Evolution of recrystallization textures - classical approaches and recent advances*. International Conference on Texture of Materials 13, Seoul, Korea, printed in Materials Sci. Forum, vol. 1, pages 1–24, 2002.
- [Grewen 78] J. Grewen & J. Huber. *Recrystallization of metallic materials*. ed. Haessner, F., Springer, 1978.
- [Groma 88] I. Groma, T. Ungar & M. Wilkens. *Asymmetric X-ray line broadening of plastically deformed crystals. I. Theory*. J. Appl. Cryst., vol. 21, pages 47–53, 1988.
- [Groma 98] I. Groma. *X-ray line broadening due to an inhomogeneous dislocation distribution*. Phys. Rev. B, vol. 13, pages 7535–7542, 1998.
- [Guinier 49] A. Guinier & J. Tennevin. *Sur deux Variantes de la Méthode de Laue et leur Applications*. Acta Cryst., vol. 2, pages 133–138, 1949.
- [Hatherly 79] M. Hatherly & A. S. Malin. Metals Tech., vol. 6, page 308, 1979.
- [Hirsch 84] J. Hirsch. *Walztexturentwicklung in kubisch - flächenzentrierten metallen*. PhD thesis, Institut für metallkunde und metallphysik, RWTH Aachen, Germany, 1984.

- [Hirsch 86] J. Hirsch & K. Lücke. *On the formation of Cube texture in FCC metals*. Risø international Symposium on metallurgy and materials science 7, Eds N. Hansen et al, 1986.
- [Hirsch 87] J. Hirsch, E. Nes & K. Lücke. *Rolling and recrystallization textures in directionally solidified aluminium*. Acta Mat., vol. 35, pages 427–438, 1987.
- [Hirsch 88a] J. Hirsch & K. Lücke. *Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline f.c.c. metals - I. Description of rolling texture development in homogenous CuZn alloys*. Acta Mat., vol. 36, pages 2863–2882, 1988.
- [Hirsch 88b] J. Hirsch, K. Lücke & M. Hatherly. *Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline f.c.c. metals - III. The influence of slip inhomogeneities and twinning*. Acta Mat., vol. 36, pages 2905–2927, 1988.
- [Hjelen 91] H. Hjelen, R. Orsund & E. Nes. *On the origin of recrystallization textures in aluminium*. Acta Mat., vol. 39, pages 1377–1404, 1991.
- [Honeycombe 68] R. W. K. Honeycombe. *The plastic deformation of metals*. Arnold editor, 1968.
- [Honneff 78] H. Honneff & H. Mecking. *A method for the determination of the active slip systems and orientation changes during single crystal deformation*. International Conference on Texture of Materials 5, Berlin, Germany, vol. 1, pages 265–275, 1978.
- [Houtte 78] P. Van Houtte. *Simulation of the rolling texture and shear texture of brass by the Taylor theory adapted for mechanical twinning*. Acta Mat., vol. 26, pages 591–604, 1978.
- [Hu 61] H. Hu & R. S. Cline. *Temperature dependence of rolling textures in high-purity silver*. J. Appl. Phys., vol. 32, pages 760–777, 1961.
- [Hu 63] H. Hu & G. Goodman. *Texture transition in copper*. Tans. AIME, vol. 227, page 627, 1963.
- [Huang 97] X. Huang & N. Hansen. *Grain orientation dependence of microstructure in aluminium deformed by tension*. Scripta. Met., vol. 37, pages 1–7, 1997.
- [Hughes 00] D. A. Hughes. *Deformation microstructures and selected examples of their recrystallization*. Risø international Symposium on metallurgy and materials science 21, Eds N. Hansen et al, 2000.
- [Hughes 01] D. A. Hughes & N. Hansen. *Recrystallization in subdivided deformation microstructures*. Recrystallization and Grain Growth- Proceedings of the First Joint International Conference, Eds G. Gottstein and D. A. Molodov, Springer Verlag, vol. 2, pages 659–668, 2001.

- [Humphreys 95] F.J. Humphreys & M. Hatherly. *Recrystallization and related annealing phenomena*. Pergamon, 1995.
- [Jensen 95] D. Juul Jensen. *Growth rates and misorientation relationships between growing nuclei / grains and the surrounding deformed matrix during recrystallization*. Acta Mat., vol. 43, pages 4117–4129, 1995.
- [Julliard 01] F. Julliard. *Etude des mécanismes de recristallisation dans l'Invar, alliage Fe36pcNi*. PhD thesis, Université Paris XI, Orsay, France, 2001.
- [Kocks 81] U. F. Kocks & G. Canova. *How many slip systems and which?* Deformation of polycrystals, Risø international Symposium on metallurgy and materials science 5, Eds N. Hansen et al, 1981.
- [Kröner 58] E. Kröner. *Berechnung der elastischen konstanten des vielkristalls aus den konstanten des einkristalls*. Z. Physik, vol. 151, pages 504–518, 1958.
- [Kronberg 49] M. L. Kronberg & F. H. Wilson. *Secondary recrystallization in copper*. Trans. Metall. Soc. AIME, vol. 185, pages 501–514, 1949.
- [Kurzydowski 96] K. J. Kurzydowski, B. Ralph, A. Chojnacka & J. J. Bucki. *A quantitative description of recrystallization and grain growth in single phase b.c.c. iron*. Acta Mat., vol. 44, pages 3005–3013, 1996.
- [Leffers 68] T. Leffers. *Computer simulation of the plastic deformation in fcc polycrystals and the rolling texture derived*. Risø Report Number 184, 1968.
- [Leffers 90] T. Leffers & J. B. Bilde-Sorenson. *Intra- and Intergranular heterogeneities in the plastic deformation of brass during rolling*. Acta Mat., vol. 38, pages 1917–1939, 1990.
- [Lücke 84] K. Lücke. *The formation of recrystallization textures in metals and alloys*. International Conference on Texture of Materials 7, NSMS, Zwijndrecht, NL, 1984.
- [Matthies 87] S. Matthies, G. Vinel & K. Helming. *Standard distributions in texture analysis*. Akademie-Verlag, Berlin, 1987.
- [Miroux 99] A. Miroux. *Etude expérimentale et modélisation des mécanismes des textures de recristallisation dans les aciers sans interstitiels stabilisés au titane*. PhD thesis, Université Paris-Nord, France, 1999.
- [Mohamed 99] G. Mohamed. *Caractérisation de l'énergie stockée par diffraction des rayons X dans les multicristaux de cuivre. Effet sur la recristallisation statique*. PhD thesis, Université Paris-Nord, France, 1999.
- [Mohamed 00] G. Mohamed & B. Bacroix. *Role of stored energy in static recrystallization of cold rolled copper single and multicrystals*. Acta Mat., vol. 48, pages 3295–3302, 2000.

- [Morii 81] K. Morii & Y. Nakayama. *Shear bands in rolled copper single crystals*. Trans. Jap. Inst. Met., vol. 22, pages 857–864, 1981.
- [Mughrabi 86] H. Mughrabi, T. Ungar, K. Kienle & M. Wilkens. *Long-range internal stresses and asymmetric X-ray line-broadening in tensile deformed [100]-oriented copper single crystals*. Phil. Mag., vol. 53, pages 793–813, 1986.
- [Necker 91] C. T. Necker, R. D. Doherty & A. D. Rollet. *Quantitative measurement of the development of recrystallization texture in OFE copper*. Textures and Microstructures, vol. 14-18, pages 635–640, 1991.
- [Necker 95] C. T. Necker, R. D. Doherty & A. D. Rollet. *The development of Cube and non-Cube recrystallization textures*. Risø international Symposium on metallurgy and materials science 16, Eds N. Hansen et al, 1995.
- [Necker 97] C. T. Necker. *Recrystallization texture in cold rolled copper*. PhD thesis, Drexel University, United States of America, 1997.
- [Nes 01] E. Nes & H. E. Vatne. *Recrystallization of aluminium alloys*. Recrystallization and Grain Growth- Proceedings of the First Joint International Conference, Eds G. Gottstein and D.A. Molodov, Springer Verlag, vol. 2, pages 719–730, 2001.
- [Norman 67] W. Norman. Z. Metallk., vol. 58, page 151, 1967.
- [Noyan 87] I. C. Noyan & J. B. Cohen. *Residual Stress*. Springer-Verlag, New York Inc., 1987.
- [Okuda 01] K. Okuda & A. D. Rollet. *Monte Carlo simulation of recrystallization and grain growth in steels: preliminary results*. Recrystallization and Grain Growth- Proceedings of the First Joint International Conference, Eds G. Gottstein and D. A. Molodov, Springer Verlag, vol. 2, pages 1007–1012, 2001.
- [Okuda 02] K. Okuda & A. D. Rollet. *Monte Carlo simulation for abnormal grain growth during nucleation*. International Conference on Texture of Materials 13, Seoul, Korea, printed in Materials Sci. Forum, vol. 1, pages 413–418, 2002.
- [Radhakrishnan 98] B. Radhakrishnan, G. B. Sarma & T. Zacharia. *Modeling the kinetics and microstructural evolution during static recrystallization - Monte-Carlo simulation of recrystallization*. Acta Mat., vol. 46, pages 4415–4433, 1998.
- [Randle 02] V. Randle. *Higher order twinning and microstructure evolution*. International Conference on Texture of Materials 13, Seoul, Korea, printed in Materials Sci. Forum, vol. 1, pages 481–486, 2002.
- [Richard 02] V. Richard, R. Chiron, Ph. Gerber, M. Gaspérini & B. Bacroix. *Investigations of dislocation microstructures formed in heavily deformed*

- metals through the combined use of EBSD and TEM.* soumis à Advanced Engineering Materials, 2002.
- [Ridha 82] A. A. Ridha & W. B. Hutchinson. *Recrystallization mechanisms and the origin of Cube texture in copper.* Acta Mat., vol. 30, pages 1929–1939, 1982.
- [Rodrigues 84] P. M. B. Rodrigues, H. Bischel & P. Furrer. *Cube texture control in aluminium sheet and foil products.* Texture in non-ferrous metals, Ed. Merchant and Morris, Detroit, Michigan, 1984.
- [Sachs 28] G. Sachs. *Zur ableitung einer fliessbedingung.* Z. Ver. Dent. Eng., vol. 72, pages 734–736, 1928.
- [Schaeben 85] H. Schaeben, H. R. Wenk & A. Vadon. *Vector method.* Preferred orientation in deformed metals and rocks: an introduction to modern texture analysis, Academic Press, 1985.
- [Schmidt 79] U. Schmidt & K. Lücke. Crystalline Solids, vol. 3, pages 85–112, 1979.
- [Smallman 55] R. E. Smallman. J. Inst. Met., vol. 83, pages 10–15, 1955.
- [Smallman 64] R. E. Smallman & D. Green. *The dependence of rolling texture on stacking fault energy.* Acta Mat., vol. 12, pages 145–154, 1964.
- [Srolovitz 86] D. J. Srolovitz, G. S. Grest & M. P. Anderson. *Computer simulation of recrystallization. I. Homogenous nucleation and growth.* Acta Mat., vol. 34, pages 1833–1843, 1986.
- [Stelljes 53] H. A. J. Stelljes. *Connaissances récentes sur la formation des cornes à l'emboutissage de l'aluminium et les possibilités de les supprimer.* Revue de Métallurgie, vol. 3, pages 189–198, 1953.
- [Tarasiuk] J. Tarasiuk, K. Wierzbanski & B. Bacroix. *Computer program for texture decomposition into gauss components.* En préparation.
- [Tarasiuk 01] J. Tarasiuk, Ph. Gerber & B. Bacroix. *Recrystallized volume fraction analysis.* Recrystallization and Grain Growth- Proceedings of the First Joint International Conference, Eds G. Gottstein and D. A. Molodov, Springer Verlag, vol. 1, pages 613–618, 2001.
- [Tarasiuk 02a] J. Tarasiuk, Ph. Gerber & B. Bacroix. *Estimation of recrystallized volume fraction from EBSD data.* Acta Mat., vol. 50, pages 1467–1477, 2002.
- [Tarasiuk 02b] J. Tarasiuk, Ph. Gerber, B. Bacroix & K. Piekos. *Modelling of Recrystallization using Monte Carlo Method Based on EBSD Data.* International Conference on Texture of Materials 13, Seoul, Korea, printed in Materials Sci. Forum, vol. 408–412, pages 395–400, 2002.
- [Taylor 38] G. I. Taylor. *Plastic strain in metals.* J. Inst. Metals, vol. 62, pages 307–324, 1938.

- [Truszkowski 73] W. Truszkowski, J. Pospiech, J. Jura & B. Major. 3ième colloque européen sur les textures de déformation et de recristallisation des métaux et leurs applications industrielles, Pont-à-mousson, 1973.
- [Ungar 89] T. Ungar, I. Groma & M. Wilkens. J. Appl. Crist., vol. 22, pages 26–34, 1989.
- [Ungar 96] T. Ungar & A. Borbély. *The effect of dislocation contrast on x-ray line broadening: a new approach to line profile analysis*. Appl. Phys. Lett., vol. 69, pages 3173–3175, 1996.
- [Virnich 78a] K. H. Virnich & K. Lücke. *Rolling and recrystallization textures in the system copper-zinc as function of the Zn-content*. Acta Mat., vol. 20, pages 397–404, 1978.
- [Virnich 78b] K. H. Virnich, J. Pospiech, A. Flemmer & K. Lücke. International Conference on Texture of Materials 5, Berlin, Germany, vol. 1, pages 129–135, 1978.
- [Walasek 01] T. A. Walasek. *Monte-Carlo modelling of the static recrystallization of armco iron*. Recrystallization and Grain Growth- Proceedings of the First Joint International Conference, Eds G. Gottstein and D. A. Molodov, Springer Verlag, vol. 2, pages 1081–1086, 2001.
- [Wassermann 63] G. Wassermann. *Der einfluss mechanischer zwillingsbildung auf die entstehung der walztexturen kubisch flächenzentrierter metalle*. Z. Metallkde., vol. 54, pages 61–65, 1963.
- [Weidner 98] A. Weidner & P. Klimanek. *Shear banding and texture development in cold-rolled alpha-brass*. vol. 38, pages 851–856, 1998.
- [Wierzbanski 01] K. Wierzbanski, J. Tarasiuk, B. Bacroix, K. Sztwiertnia & Ph. Gerber. *Recrystallization texture modelling in fcc metals and bcc metals*. Recrystallization and Grain Growth- Proceedings of the First Joint International Conference, Eds G. Gottstein and D. A. Molodov, Springer Verlag, vol. 2, pages 1075–1080, 2001.
- [Wilbrandt 88] P. J. Wilbrandt. *On the mechanisms of twinning in the annealing texture formation*. International Conference on Texture of Materials 8, TMS, Warrendale, PA, 1988.
- [Wilbrandt 92] P. J. Wilbrandt. *On the role of annealing twin formation in the recrystallization texture development*. vol. 27, pages 1485–1492, 1992.
- [Zaefferer 01] S. Zaefferer, T. Baudin & R. Penelle. *A study on the formation mechanisms of the Cube recrystallization texture in cold rolled Fe36pcNi alloys*. Acta Mat., vol. 49, pages 1105–1122, 2001.

Annexe A

Textures cristallographiques

A.1 Généralités

La texture cristallographique d'un métal ou d'un alliage (produite après déformation ou développée au cours de la recristallisation) est constituée d'une ou plusieurs orientations, définie(s) par les indices de Miller selon une famille de plans $\{hkl\}$ et une famille de directions $\langle uvw \rangle$. Dans le cas d'un matériau déformé par laminage, pour lequel un référentiel macroscopique peut être défini selon (DL, DT, DN), DL étant la direction de laminage, DT, la direction transverse et enfin, DN la direction normale, la convention correspond à expliciter pour l'orientation donnée la famille de plans $\{hkl\}$ contenue dans le plan de laminage (plan constitué par les directions DL et DT) et la famille de directions $\langle uvw \rangle$ parallèle à DL (figure A.1).

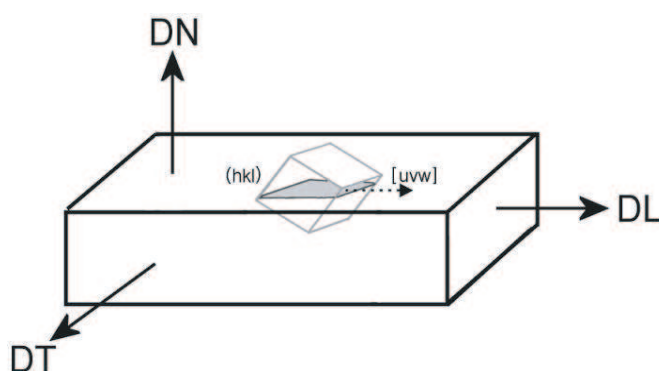


FIG. A.1 – Représentation schématique d'un cristal d'orientation $(hkl)[uvw]$ au sein d'une tôle laminée.

A.2 Figure de pôles

Une figure de pôles $\{hkl\}$, représentant la projection stéréographique sur le plan de l'échantillon de la distribution de densité de pôles d'une famille de plans $\{hkl\}$ dans toutes les directions de l'échantillon, peut être constituée par mesure de l'intensité diffractée I (le paragraphe 2.2.2 explicite la technique permettant la mesure de textures cristallographiques) pour différentes valeurs de (φ, χ) (figure A.2). Une figure de pôles, projection stéréographique relative à un ensemble de directions, permet donc la visualisation des orientations cristallographiques d'une texture donnée. Elle est définie par la fraction volumique $\frac{dV}{V}$ de matériau ayant leur direction cristallographique h parallèle à la direction du matériau y :

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} P_h(y) dy \quad (\text{A.1})$$

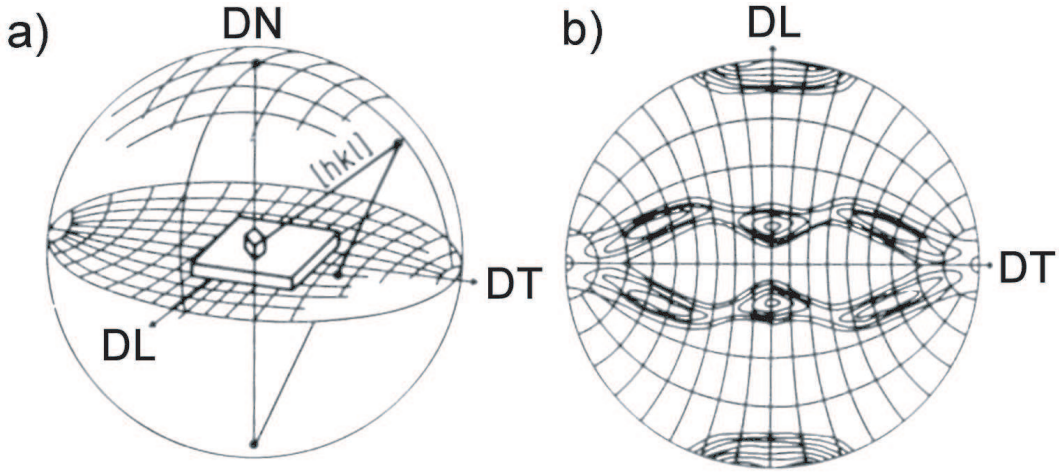


FIG. A.2 – a) Projection stéréographique d'un plan (hkl) . b) Figure de pôles des familles de plans $\{111\}$.

A.3 Fonction de distribution des orientations

A.3.1 Définition

La Fonction de Distribution des Orientations (FDO) au sein d'un matériau mono ou polycristallin permet la description complète de la texture. Soit dV , la totalité des éléments de volume inclus au sein du volume V , possédant l'orientation g à l'intérieur d'un élément d'orientation dg , alors, nous définissons la FDO $f(g)$ à partir de l'expression :

$$\frac{dV}{V} = f(g).dg \quad (\text{A.2})$$

Dans laquelle, l'orientation g d'un grain au sein d'un matériau polycristallin est spécifiée au travers de la relation permettant le passage d'un système de coordonnées K_m (relatif au grain ou à l'orientation) d'axes (x_m, y_m, z_m) au système de coordonnées K_M d'axes (x_M, y_M, z_M) , défini comme étant le repère échantillon ou repère macroscopique (figure A.3).

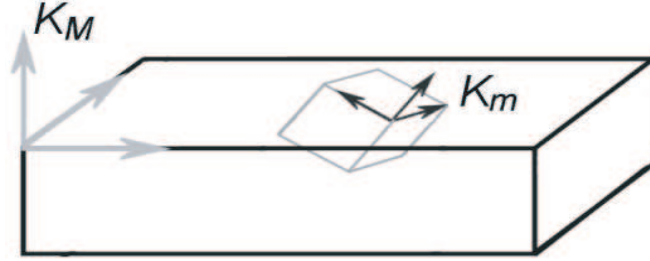


FIG. A.3 – Représentation schématique des repères échantillon K_M et cristallin K_m .

Soit :

$$K_m = g.K_M \quad (\text{A.3})$$

L'orientation g peut être définie dans l'espace des angles d'Euler (figure ??), constitué par le triplet $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$, conduisant ainsi à la matrice de passage :

$$g = (hkl)[uvw] = \{\varphi_1, \phi, \varphi_2\} = \begin{bmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{bmatrix} \quad (\text{A.4})$$

Avec : $0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi$, $0 \leq \phi \leq \pi$ et $0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi$.

Si les figures de pôles ne permettent pas une description totale de la texture, les FDO autorisent une approche bien plus quantitative, décrivant l'ensemble des orientations constituant la texture cristallographique.

A.3.2 Calculs des FDO à partir de mesures expérimentales

Les FDO sont calculées à partir des figures de pôles issues de mesures de texture expérimentales. Les deux voies principales de calculs sont basées sur les méthodes *harmonique* et *vectorielle*. Nous ne développons ici que les grandes lignes de la méthode harmonique, utilisée dans notre cas (pour plus d'informations concernant la méthode vectorielle, se reporter à la référence [Schaeben 85]). La FDO est calculée à partir de l'équation :

$$P_h(y) = \frac{1}{2\pi_{hly}} \int f(g) d\chi \quad (\text{A.5})$$

pour : $y = \{\alpha, \beta\}$ et $g = \{\varphi_1, \phi, \varphi_2\}$.

χ représente l'angle de rotation du grain d'orientation g par rapport à la direction commune h_y .

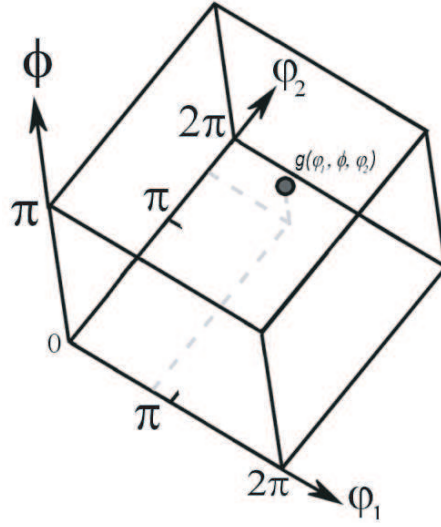


FIG. A.4 – *Espace des orientations, encore appelé espace des angles d'Euler.*

Une solution analytique de l'équation A.5 est connue pour un type particulier de fonctions, dites *fonctions harmoniques* $K_l^n(y)$, $T_l^{mn}(g)$. Ainsi, nous obtenons :

$$\frac{1}{2\pi_{hly}} \int T_l^{mn}(g) d\chi = \frac{2}{2l+1} K_l^{*m}(h) \cdot K_l^n(y) \quad (\text{A.6})$$

Pour chaque combinaison des indices (l, m, n) est associée une fonction $T_l^{mn}(g)$. Soit :

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^{+l} \sum_{n=-l}^{+l} C_l^{mn} T_l^{mn}(g) \quad (\text{A.7})$$

Où C_l^{mn} représentent les facteurs harmoniques.

Annexe B

Représentation des principales orientations idéales des textures de déformation et de recristallisation dans les métaux cfc

B.1 Principales orientations idéales

Orientation	Indices de Miller	Angles d'Euler (en °)	Caractéristiques
C	$\{112\}\langle 111 \rangle$	(90,35,45)	Composante de laminage, fibre β
S	$\{123\}\langle 634 \rangle$	(27,64,14), (57,29,63), (57,77,26)	Composante de laminage, fibre β
Bs	$\{011\}\langle 112 \rangle$	(35,45,0/90), (55,90,45)	Composante de laminage, fibre α et β
G	$\{011\}\langle 100 \rangle$	(0,45,0/90), (90,90,45)	Composante de laminage, fibre α
Cube	$\{100\}\langle 001 \rangle$	(0,0,0), (φ_1 , 0, $90 - \varphi_1$)	Composante de recristallisation
BR	$\{236\}\langle 385 \rangle$	(81,34,30)	Composante de recristallisation
CM	$\{552\}\langle 115 \rangle$	(90,74,45)	Composante de maillage C.
BsM	$\{001\}\langle 255 \rangle$	(74,45,0/90), (16,90,45), (55,20,45)	Composante de maillage Bs
GM	$\{011\}\langle 122 \rangle$	(70,45,0), (90,19,45), (19,90,45)	Composante de maillage G
CubeM	$\{122\}\langle 221 \rangle$	(45,71,45)	Composante de maillage Cube

TAB. B.1: Principales orientations idéales considérées.

B.2 Représentations

B.2.1 Figures de pôles

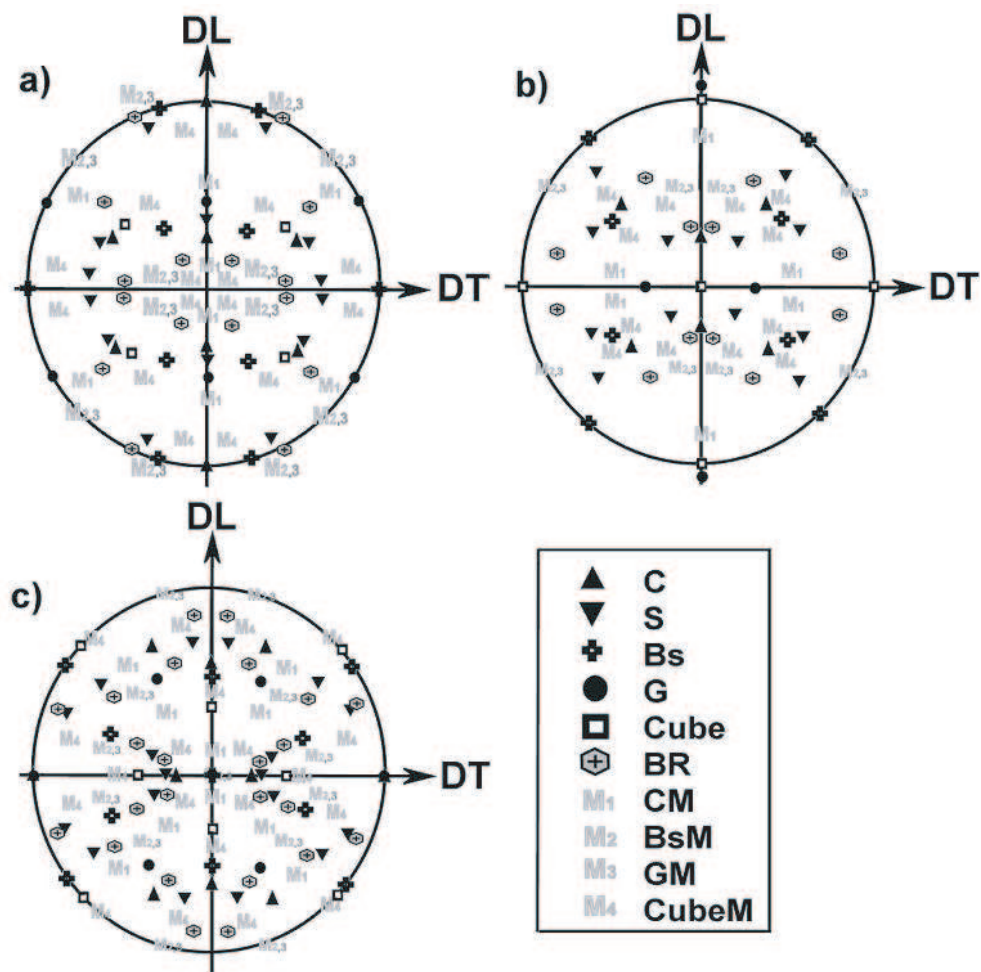


FIG. B.1 – Localisation des orientations idéales sur les principales figures de pôles. a) $\{111\}$. b) $\{200\}$. c) $\{220\}$.

B.2.2 FDO

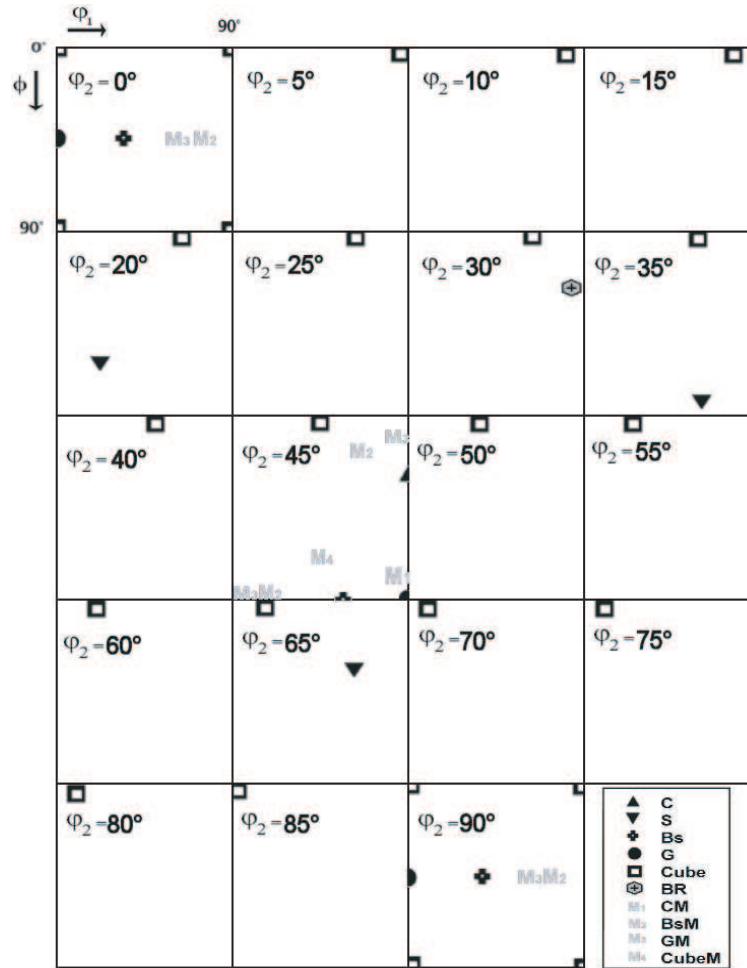


FIG. B.2 – Position dans l'espace d'Euler des principales orientations considérées (coupes à ϕ_2 constante).

Annexe C

Profils de cornes

L'ensemble des propriétés (comprenant les propriétés mécaniques, physiques, chimiques...) des matériaux métalliques est fortement corrélé avec la texture développée après étape de déformation plastique ou encore après recuit. En particulier, dans le cas de la mise en forme des métaux et alliages, une méthode de caractérisation, directement en relation avec les textures et les microstructures des matériaux, couramment utilisée consiste en la production d'emboutis. Le degré de l'anisotropie est reflété par la présence et les particularités (hauteur et position) de *cornes d'emboutissage* [Stelljes 53]. Une méthode de calcul consiste, à partir des textures calculées selon les mesures globales ou locales, à calculer selon la méthode d'Hosford et Backofen le *coefficient de Lankford* $R(\alpha)$. Rappelons que ce coefficient représente le rapport des déformations dans la largeur et l'épaisseur d'un échantillon plat déformé en traction suivant une direction inclinée d'un angle α par rapport à la direction de laminage. Les maxima de son évolution en fonction de l'angle correspondent approximativement aux positions des cornes d'emboutissage. Les six cas de figures présentés à la figure C.1 conduisent à supposer des comportements différents lors du procédé d'emboutissage [Rodrigues 84].

Les deux premiers cas correspondent à un état recristallisé. L'anisotropie caractérisée par une forte texture Cube provoque l'apparition de cornes à 0 et 90° de la direction de laminage. Le cas extrême d'une texture de déformation donne à l'inverse du cas précédent des cornes d'emboutissage à 45° de la direction de laminage. La suppression de ces cornes peut être réalisée dans les cas suivants :

- * pour un matériau isotrope, c'est-à-dire, libre de toute texture,
- * pour une texture composée par un mélange d'orientations de déformation et de recristallisation, c'est-à-dire dans le cas où une forte dispersion de la texture est obtenue.

Quelques résultats représentatifs concernant le matériau cuivre LAF $\Delta = 70 \%$ sont compilés au sein de la figure C.2.

Des cornes à 45° de la direction de laminage sont hypothétiquement attendues après emboutissage du matériau à l'état déformé. Le caractère dispersé de la texture prenant place au début de la recristallisation, nous obtenons pour ce matériau des profils relativement plats pour des valeurs de fractions recristallisées faibles (autour de $X_v = 0,14$).

Artificiellement, le matériau acquiert un caractère *isotrope*, et ceci grâce à la combinaison germination/croissance d'un ensemble hétérogène d'orientations. La technique d'EBS, rendant possible la séparation quantitative des grains recristallisés et déformés, conduit à établir des profils de $R(\alpha)$ associés à ces deux catégories de grains permettent d'estimer leur influence (pour différents états partiellement recristallisés) sur le comportement macroscopique du matériau.

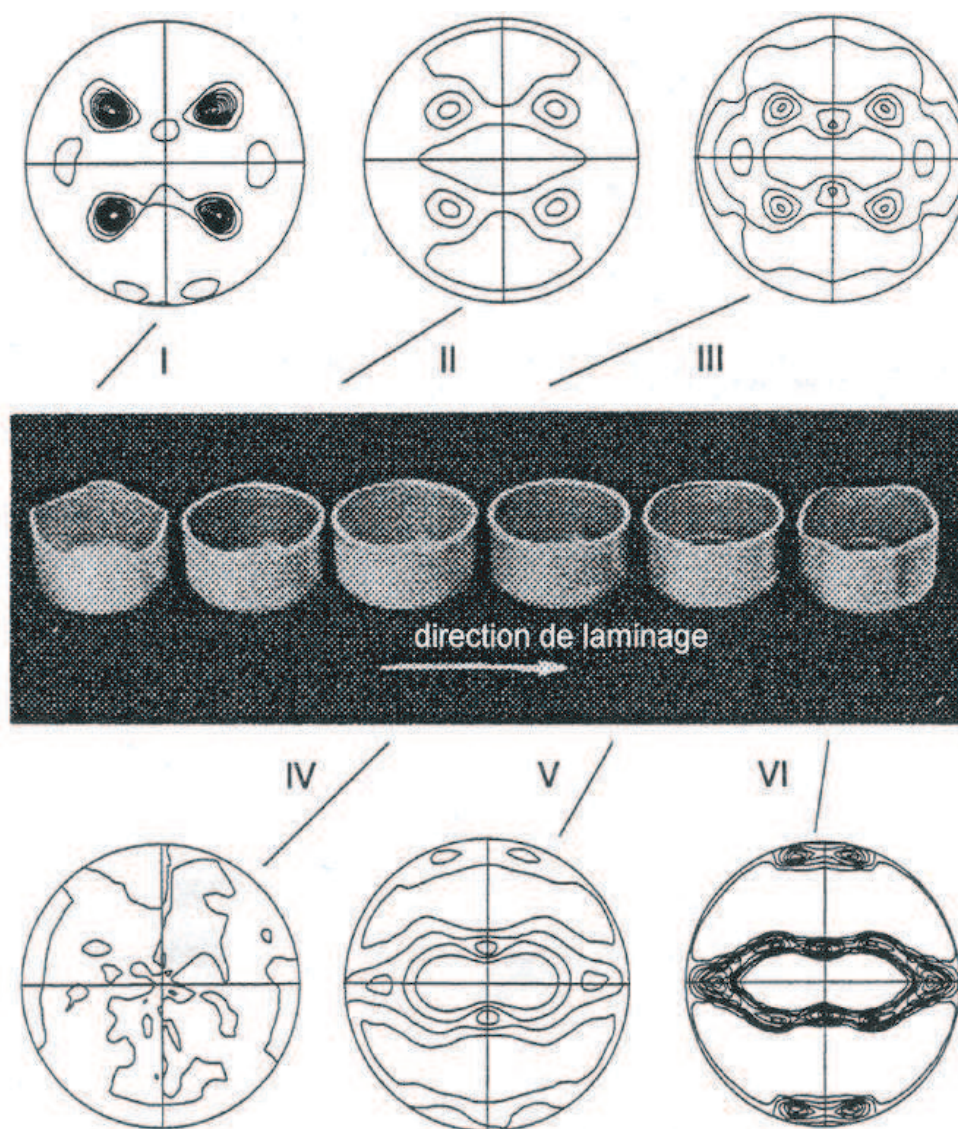


FIG. C.1 – Liens entre texture cristallographique (figures de pôles $\{111\}$) et cornes d'emboutissage. [Rodrigues 1984]

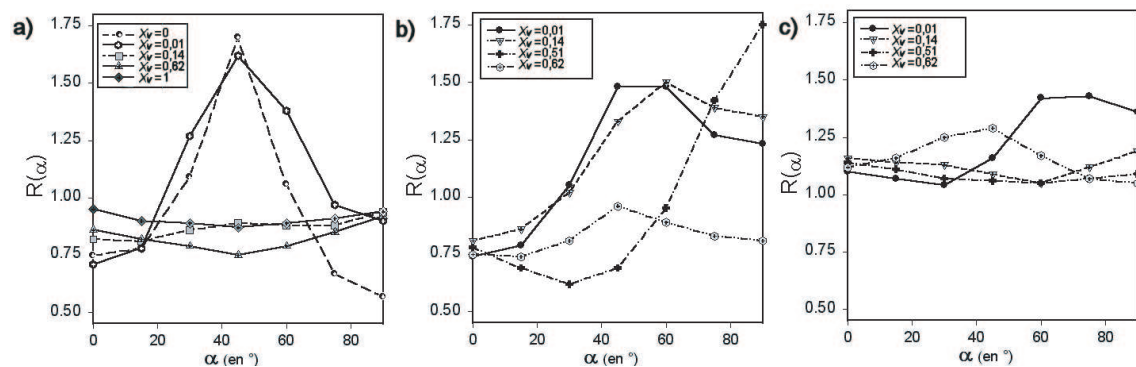


FIG. C.2 – Profils des coefficients $R(\alpha)$ dans le cas du matériau LAF $\Delta = 70\%$ pour différentes valeurs de la fraction recristallisée. a) A partir des mesures de textures par diffraction X. b) A partir des mesures locales par EBSD (grains déformés). c) A partir des mesures locales par EBSD (grains recristallisés).

Annexe D

Description et propriétés des principaux joints de grains

Les joints de grains CSL (Coincident Site Lattice, [Kronberg 49]) sont classifiés en terme de valeurs de Σ , correspondant à la fraction d'atomes coïncidants entre les deux réseaux séparés par le joint considéré. Cette classification permet de les distinguer des joints classiques. Toute relation de coïncidence est exprimée selon un angle par rapport à un axe représentatif de la désorientation entre les deux grains séparés par le joint. Le tableau D.1. regroupe les principaux joints de grains mobiles rencontrés dans le cuivre et les laitons- α . Les joints de grains associés au processus de maclage de premier ordre (de déformation ou de recristallisation) sont définis comme étant les joints de type $\Sigma 3$. Les joints de grains relatifs aux processus de maclage d'ordre plus important sont classifiés selon la nomenclature $\Sigma 3^n$, où n est un entier supérieur à 1 et représente le degré de maclage [Randle 02].

Σ	θ_{\min} (en°)	Axe
3	60	$\langle 111 \rangle$
7	38,21	$\langle 111 \rangle$
9	38,94	$\langle 110 \rangle$
27a	31,58	$\langle 110 \rangle$

TAB. D.1: Angles et axes de rotation des principaux joints de grains Σ .

Annexe E

Définition de l'indice de qualité q

Le paramètre indice de qualité q est proportionnel à la somme des longueurs des lignes détectées à partir du cliché de diffraction (décrivant ainsi sa qualité) et est relié à l'état d'écrouissage des points de mesure. La perfection d'un volume diffractant du réseau cristallin est un des facteurs affectant l'indice q . Ainsi, toute distorsion du réseau cristallin au sein du volume diffractant conduit à un cliché de diffraction plus diffus, associé à une valeur de q relativement basse, permettant ainsi une description de l'état de déformation de la microstructure d'un matériau donné. La valeur intrinsèque de q est également fonction d'autres paramètres, comme le type de matériau, son état de surface après préparation, les conditions de mesures...

Basée sur l'hypothèse que la densité de dislocation est inversement proportionnelle à l'indice de qualité, une distinction entre différents états écrouis, partiellement recristallisés et recristallisés est donc possible (figure E.1).

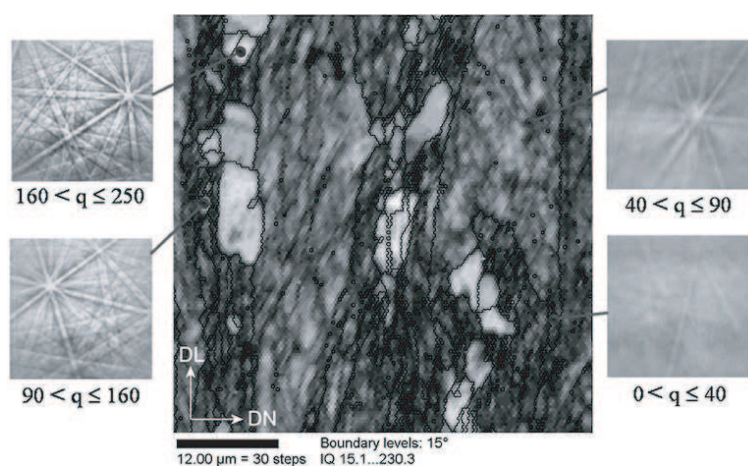


FIG. E.1 – Cartographie EBSD du matériau cuivre LAF $\Delta = 70\%$ partiellement recristallisé représentant l'indice de qualité q et exemples de clichés pour différentes valeurs.

Annexe F

Mesures de diffraction des rayons X durs

Cette méthode utilise une technique nouvellement appliquée à l'étude des polycristaux [Chauveau 02]. En particulier pour l'analyse des mécanismes de recristallisation, c'est un outil présentant des avantages indéniables et qui permet d'obtenir des données complémentaires des résultats plus classiquement obtenus à partir de la DRX en réflexion (DRXR). Cependant, ce type d'approche possède un certain nombre d'inconvénients; ils sont exposés au paragraphe F.3.

Deux approches ont été ici utilisées :

- * une première, *qualitative*, permettant de caractériser la texture globale, ainsi que l'état d'avancement de la recristallisation basée sur l'acquisition pour différents états déformé, partiellement recristallisés et recristallisé de clichés de Laue,

- * une seconde, *quantitative*, à partir de mesures en énergie de pics de diffraction, qui permet d'aboutir aux cinétiques de recristallisation composante par composante de texture.

F.1 Préparation des échantillons de mesures

La découpe des échantillons à mesurer se fait de manière à obtenir des volumes diffractants identiques selon chacune des trois directions macroscopiques (DL, DT, DN). Un polissage mécanique jusqu'au papier de granulométrie 1200 du cube obtenu est nécessaire afin d'assurer un parallélisme de chacune des faces. De même que pour les mesures de textures par diffraction des rayons X en réflexion, une attaque à l'acide nitrique dilué à 64 % (quelques dizaines de secondes) permet d'enlever la couche écrouie par le polissage mécanique. Les matériaux sont mesurés selon chacune des trois directions macroscopiques DL, DT et DN.

F.2 Principe de mesure

Cette technique utilise les propriétés des générateurs de rayons X haute tension (de l'ordre de 400 kV) couplés avec des détecteurs rayons X bidimensionnels de hautes résolution et sensibilité possédant un certain nombre d'avantages tels qu'un large spectre en énergie et un foyer relativement ponctuel (de l'ordre de quelques mm^2). Toutes les caractéristiques de l'installation utilisée sont présentées de manière complète dans la littérature [Bastie 96].

Le dispositif expérimental permet de transposer une variante de la méthode de Laue, déjà décrite précédemment par Guinier et Tavenin [Guinier 49]. Le matériau mono ou polycristallin est soumis à un faisceau de rayons X divergent, issu d'un foyer ponctuel et possédant un spectre blanc (figure F.1). Quand la relation de Bragg est obtenue, les faisceaux diffractés en différents points du cristal et provenant de la même famille de plans réticulaires sont focalisés en une tâche symétrique du foyer par rapport à la normale aux plans diffractants. L'étendue spectrale et la taille du faisceau étant importants, plusieurs réflexions issues de diverses familles de plans réticulaires sont excitées simultanément.

Les équipements utilisés lors de ces expériences sont installés au laboratoire "rayons X durs", développés à l'Institut Laue Langevin (figure F.2). Ce sont :

- * Le générateur Philips MCN 421 qui permet de travailler avec des tensions comprises entre 20 et 420 kV. Le foyer utilisé pour ces expériences possède une taille de $1.5 \times 1.5 \text{ mm}^2$, ce qui limite le courant à 3 mA. L'anticathode de ce générateur est en tungstène. Le spectre émis est composé, d'une part, du rayonnement de freinage des électrons dont l'énergie la plus élevée est donnée par la valeur maximale de la tension d'accélération des électrons (ce spectre étant continu), et d'autre part, des raies caractéristiques du tungstène situées à environ 59 keV et 67 keV se superposant au spectre précédent. Un filtrage par du Zirconium permet, si nécessaire, de réduire fortement leur contribution dans le rayonnement émis.
- * Le dispositif de collimation, le goniomètre et le puits en plomb.
- * Le détecteur bidimensionnel composé d'un tube intensificateur d'images rayons X de diamètre 22 cm (Thomson TH 9428) associé à une caméra CCD refroidie à faible bruit (Princeton 512 x 512 pixels).
- * La diode Germanium pour analyser l'énergie des faisceaux diffractés pour un angle de Bragg donné.

L'analyse des textures ne requiert pas les mêmes conditions expérimentales que la méthode de Guinier et Tavenin. En particulier la contrainte sur les distances source-échantillon et échantillon-détecteur n'est plus nécessaire. Mettant à profit la grande versatilité de l'installation pour adapter la disposition des différents éléments à l'étude projetée, la configuration suivante est utilisée :

- * Distance source-échantillon : 3,6 mètres.
- * Distance échantillon-détecteur bidimensionnel : 1,6 mètres.
- * Collimation devant échantillon : $f = 3 \text{ mm}$.

Pour l'analyse en énergie, la collimation devant le détecteur Germanium vaut $l * h =$

$5 * 12 \text{ mm}^2$. Cette configuration permet d'avoir un faisceau incident de faible divergence, tout en conservant un flux important et d'utiliser au mieux la surface utile du détecteur bidimensionnel. Pour la mesure en énergie, le détecteur est placé dans le plan horizontal passant par le faisceau direct, à une distance de 12 cm de celui-ci. Ainsi, quelle que soit la réflexion considérée, l'énergie du faisceau diffracté reste toujours supérieure à celle des raies caractéristiques du tungstène qui, de ce fait, ne perturbent pas la mesure. Les temps d'acquisition sont typiquement de l'ordre de 500 secondes. Le secteur angulaire analysé au cours de la mesure est fixé par la collimation choisie devant le détecteur (de l'ordre de 5°).

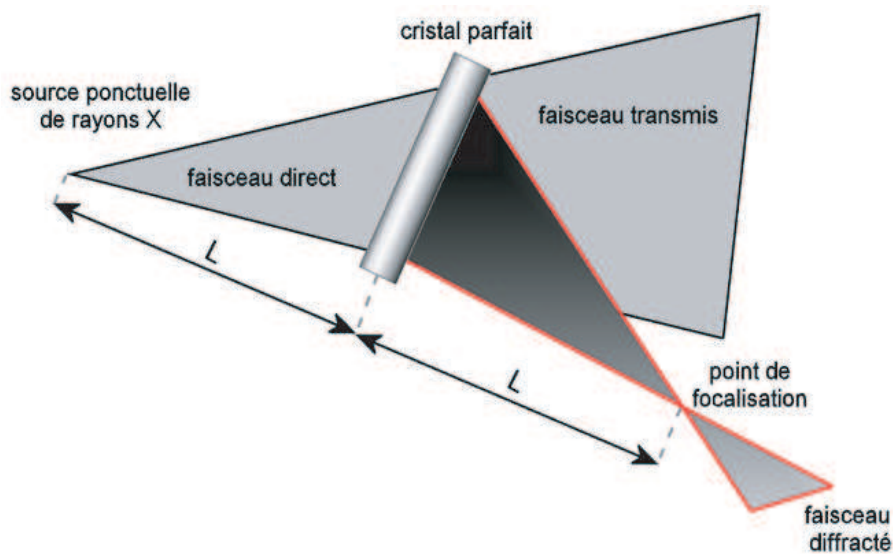


FIG. F.1 – Représentation schématique de la propriété de focalisation. [Bastie 96]

F.3 Résultats

Cette approche expérimentale a été appliquée au cuivre électrolytique LAF $\Delta = 70 \%$, après déformation et recuits statiques (pour des états partiellement recristallisés et recristallisé). L'analyse qualitative, par comparaison avec les figures de pôles calculées à partir des mesures par DRXR, montre l'évolution de la texture globale au cours de la recristallisation. Pour une confrontation correcte entre les deux techniques, après sommation des figures de pôles $\{111\}$, $\{200\}$ et $\{220\}$ issues de la DRXR, une comparaison des pôles est réalisée sur la périphérie des clichés de Laue (figure F.3) obtenus par DRX en transmission (DRXT).

A l'état déformé, le cliché obtenu montre une texture relativement marquée (la valeur du maximum associé à la tâche la plus intense étant de l'ordre de 13 000 coups). Les pôles caractéristiques sont dus essentiellement aux orientations idéales relatives à la texture de déformation Bs, S et C. En début de recristallisation (pour une valeur de X_v estimée à

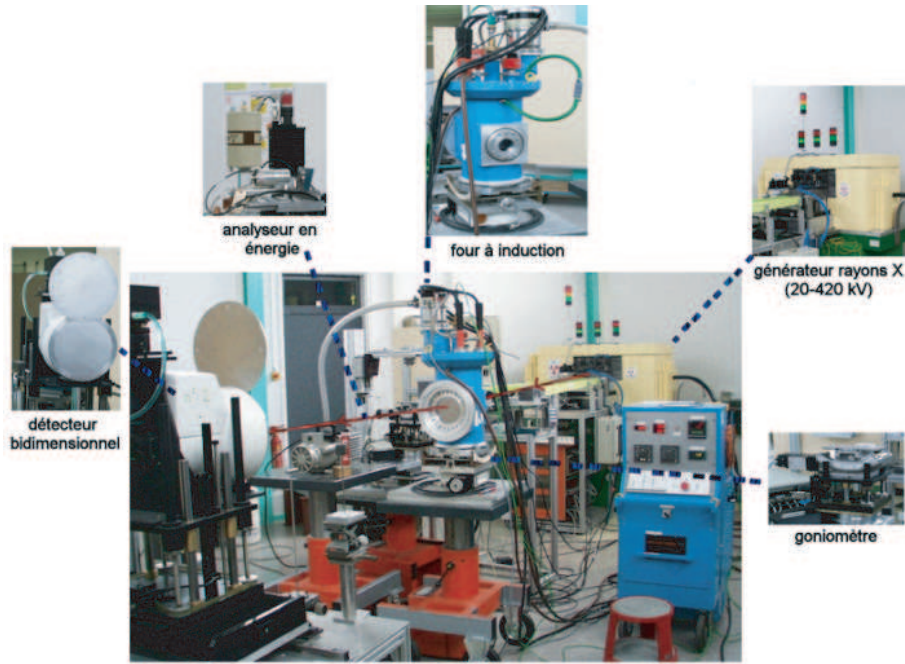


FIG. F.2 – Montage de la technique de diffraction des rayons X durs basé l'Institut Laue Langevin à Grenoble.

0,13), une baisse de l'intensité des pôles principaux (de l'ordre de 11 000 coups) indique un processus conduisant à affaiblir la texture de déformation. Un caractère dispersé de la texture est remarquable pour une fraction recristallisée de l'ordre de $X_v = 0,88$, les pôles acquérant une tendance à la dispersion autour des orientations idéales de la texture de type fibre β (maximum autour de 10 000 coups pour le pôle principal). En fin de recristallisation, le cliché de Laue présente un ensemble de pôles plus uniformes qu'à l'état déformé (tâches plus dispersées) permettant de confirmer la dispersion de la texture de recristallisation, déjà mise en avant par l'étude de l'évolution de la texture au cours du processus de recuit par DRXR (décomposition des FDO en termes de FG). La texture en fin de processus est moins prononcée qu'à l'état déformé, l'intensité maximum étant moins élevée (de l'ordre de 8 500 coups).

Une analyse basée sur des mesures en énergie selon les deux repères échantillons (DN, DL, DT) (repère 1) et (DT, DL, DN) (repère 2) pour l'ensemble des états recuits permet de rendre compte plus quantitativement de l'évolution de la texture au cours de la recristallisation. Pour exemple, les pics de diffraction des familles de plans $\{111\}$ à $\{222\}$ relatifs à un état partiellement recristallisé sont présentés à la figure F.4.

La correspondance entre les pics de diffraction mesurés et la ou les orientations idéales est donnée par le tableau 3.3.

La quantification reste cependant réduite, puisque les cinq orientations idéales constituant les textures de déformation et de recristallisation ne sont pas toutes isolées, un

mélange de composantes étant par exemple obtenu dans le cas de la famille de plan $\{220\}$, quelque soit le repère considéré. Ceci ne peut être contre-balancé par la considération de familles de plans de plus grande multiplicité, l'intensité reliée à ces familles étant trop peu élevée pour en tirer une quantification. Mais, des résultats partiels complémentaires de ceux obtenus par DRXR sont explicités à la figure F.5. Par considération des valeurs intégrales relatives aux pics de diffraction considérés, les cinétiques de recristallisation sont obtenues pour les orientations Bs, C et Cube. En effet, les orientations G et S appartiennent aux mêmes familles de plans diffractants que les orientations C (repère 1, $\{220\}$), Cube (repère 2, $\{200\}$) et Bs (repère 2, $\{220\}$) pour l'orientation G et que l'orientation Cube (repère 1, $\{311\}$) pour l'orientation S.

Par combinaison des deux graphiques, nous en déduisons que l'orientation Cube semble se renforcer modérément lors du processus de recristallisation, tandis que les quantités de matériau d'orientations Bs et C décroissent de manière significative.

Remarques : Les valeurs intégrales ne donnent aucune information sur les fractions volumiques absolues des composantes de texture. Cette méthode de quantification ne permet pas non plus d'accéder aux valeurs des dispersions des orientations autour des positions idéales. C'est donc une méthode complémentaire de la DRXR, mais qui ne peut à elle seule apporter toutes les informations nécessaires concernant l'évolution de la texture au cours de la recristallisation par considération des orientations majeures. Cependant, cette technique est en voie de développement, et permettra à l'avenir d'effectuer un suivi *in-situ* en transmission de la transformation de la texture au cours de recuits.

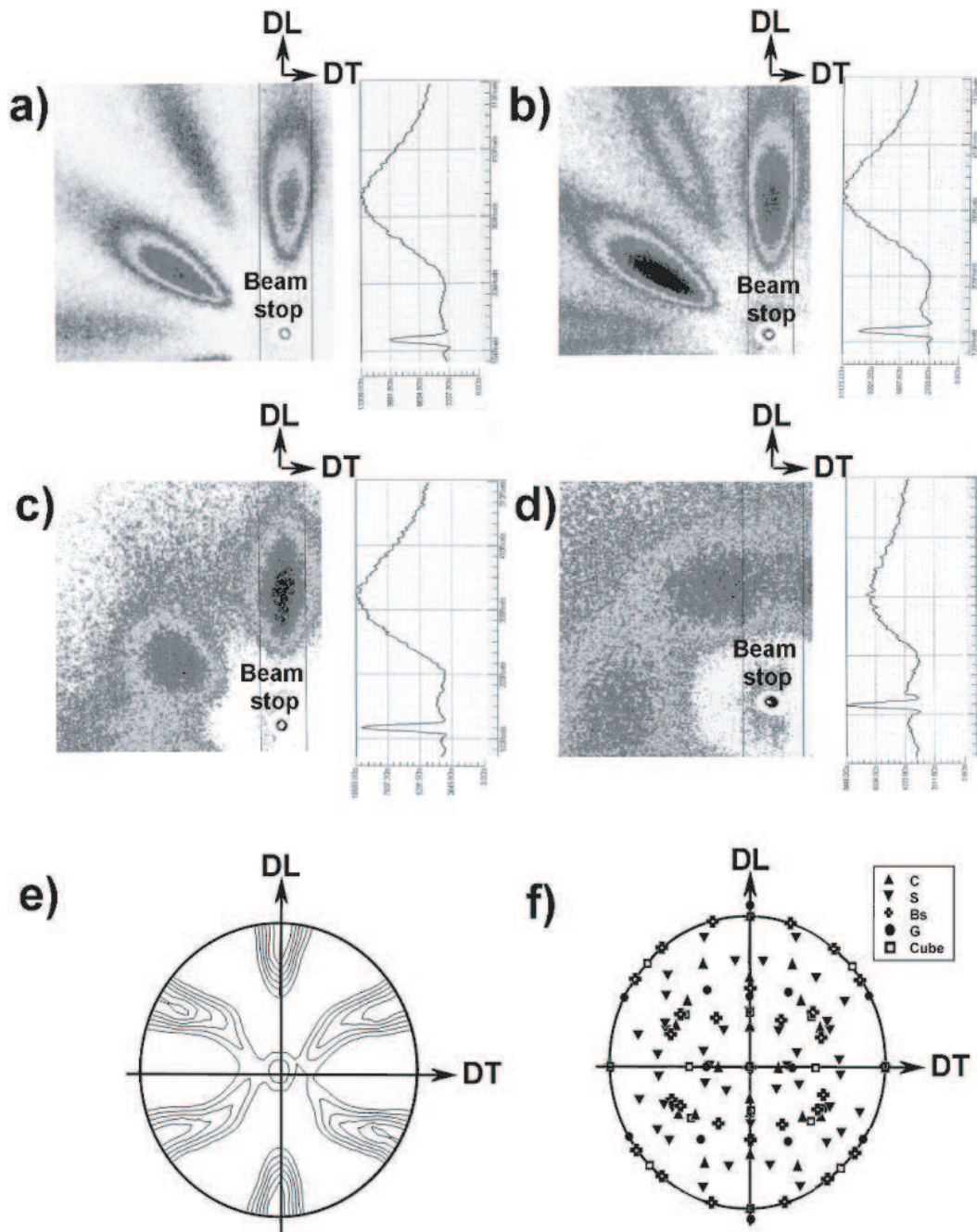


FIG. F.3 – a) à d). Clichés de Laue obtenus par mesures de DRXT sur le matériau Cu LAF $\Delta = 70$ %. a) Etat déformé. b) Etat partiellement recristallisé, $X_v = 0,13$. c) Etat partiellement recristallisé, $X_v = 0,88$. d) Etat recristallisé. e) Somme des figures de pôles $\{111\}$ à $\{220\}$ issues des mesures par DRXR sur l'état LAF. f) Orientations idéales.

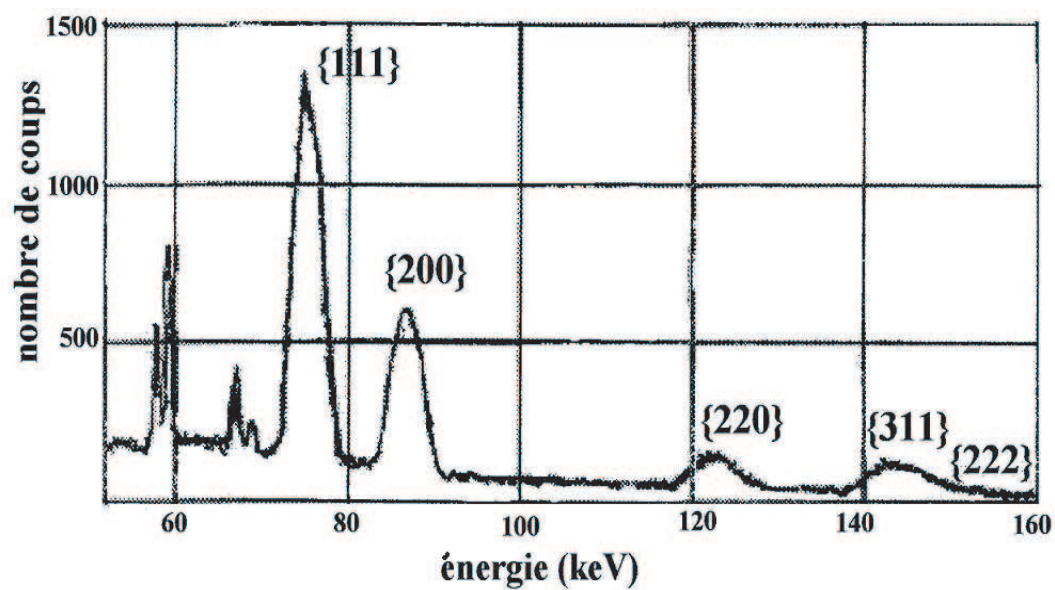


FIG. F.4 – *Pics de diffraction obtenus par mesure en énergie par DRXT selon le repère 1 (état partiellement recristallisé).*

Familles de plans	Orientations idéales atteintes	
	Repère 1	Repère 2
{111}	Bs {011}<211>	
{200}	Cube {100}<001>	Cube {100}<001> G {011}<100>
{220}	C {112}<111> G {011}<100>	Bs {011}<211> G {011}<100>
{311}	S {123}<634> Cube {100}<001>	C {112}<111>
{222}	Bs {011}<211>	

TAB. F.1: Equivalence familles de plans / orientations idéales.

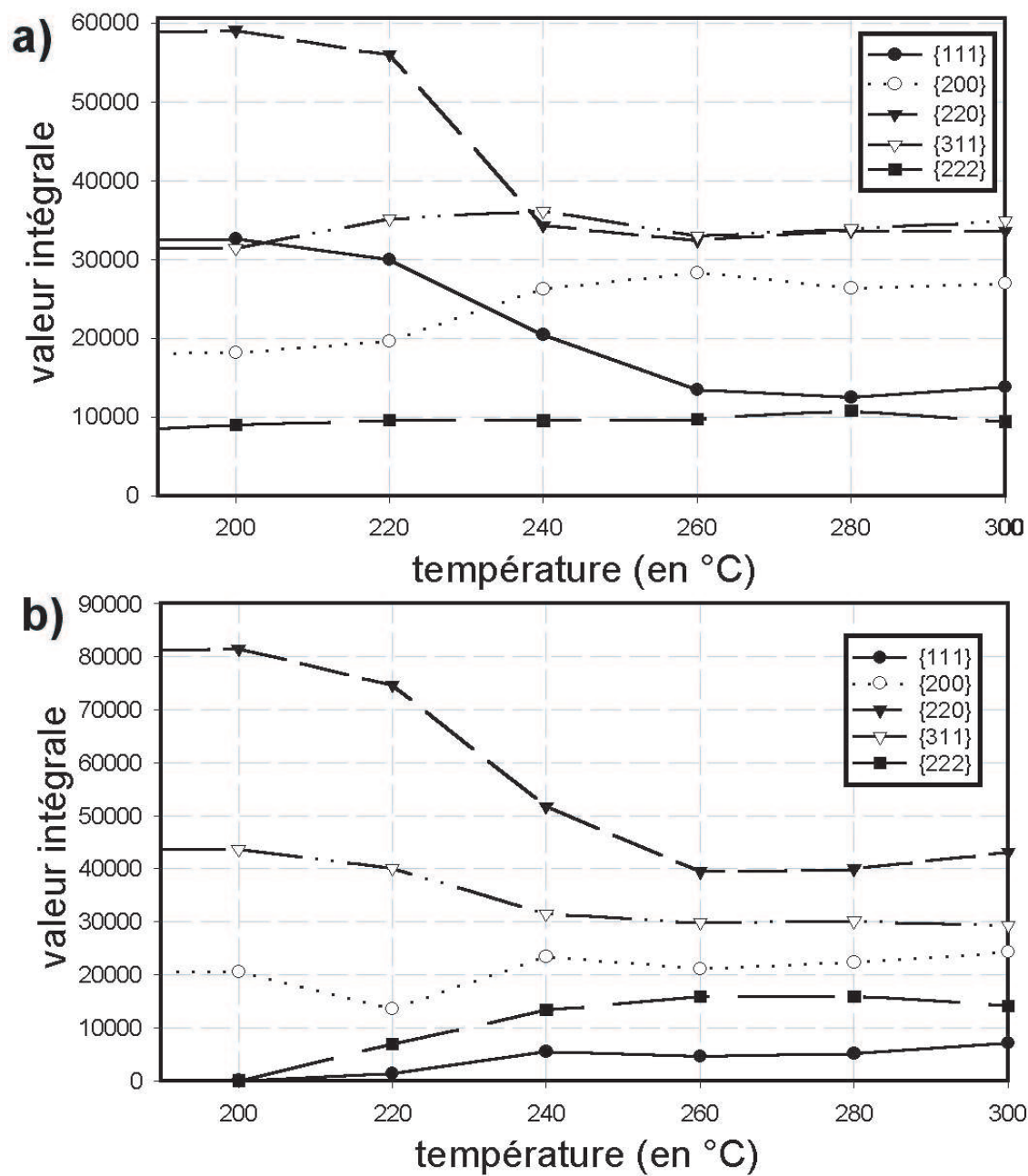


FIG. F.5 – Evolutions des valeurs intégrales des pics de diffraction mesurés par DRXT relatifs aux familles de plans $\{111\}$ à $\{311\}$ en fonction de la température de recuit. a) Repère 1. b) Repère 2.

Résumé

Les liens entre hétérogénéités de déformation après étape de laminage à froid et recristallisation statique sont étudiés précisément dans le cas du cuivre et de ses alliages, en particulier les laitons- α pour deux compositions Cu-15%Zn et Cu-33%Zn. Ceci consiste, à l'aide d'outils expérimentaux divers, à suivre le développement des textures de recristallisation à partir des textures de déformation après laminage à température ambiante. La diffraction des rayons X est utilisée pour les mesures des textures globales et pour la détermination des densités de dislocations et valeurs de l'énergie stockée par analyse de l'élargissement des profils de raies. L'évolution des textures globales au cours du processus de recuit est quantifiée par application de la méthode de décomposition en fonctions gaussiennes associées aux principales composantes de texture. Les mesures locales des orientations sont effectuées par Electron Back-Scattered Diffraction (technique utilisant la propriété des électrons rétrodiffusés) dans le microscope électronique à balayage. La microscopie électronique en transmission est également utilisée pour la détermination de la structure des cellules de dislocations relative aux composantes majeures de texture. Cette caractérisation des états déformés, partiellement et totalement recristallisés est suivie d'une modélisation de type Monte-Carlo du processus de recristallisation permettant la simulation de la germination et de la croissance des nouveaux grains au sein de la matrice déformée.

Dans le cas du cuivre électrolytique, un seuil de déformation correspondant à un taux de réduction par laminage à froid de $\Delta = 90 \%$ est mis en évidence par mesures des textures globales. En dessous de cette valeur, la texture de recristallisation est relativement dispersée et s'apparente à une texture quasi-isotrope, tandis que pour une valeur égale ou supérieure, la texture est composée d'une orientation unique, la composante Cube $\{100\}\langle 001 \rangle$. L'ajout de zinc au sein de l'alliage Cu-%Zn provoque une distribution des orientations plus dispersée, ceci étant en partie dû au processus de maclage de déformation qui est particulièrement actif pour ces alliages, et provoque ainsi la production d'un panel plus large d'orientations possédant un potentiel de germination et de croissance. La confrontation des mesures expérimentales effectuées sur le cuivre pour deux taux de réduction ($\Delta = 70 \%$ et $\Delta = 90 \%$) permet de comprendre l'influence du taux de déformation sur la recristallisation. Les mesures de l'énergie stockée pour ces états déformés montrent qu'une différence minimum entre les orientations C $\{112\}\langle 111 \rangle$ et/ou S $\{123\}\langle 634 \rangle$ et Cube est vitale pour engendrer une texture de recristallisation de type Cube. Une restauration des germes et grains Cube au tout début de la recristallisation est observée pour ces deux matériaux. Cependant dans le cas du matériau déformé à $\Delta = 70 \%$, seule une germination multiple intergranulaire polygranulaire prend place dans les zones de fortes hétérogénéités de déformation (zones caractérisées par une désorientation locale élevée), conduisant ainsi à disperser la texture dès cette étape. Dans le cas du matériau déformé à $\Delta = 90 \%$, cette germination est également observée en début de processus, mais n'est pas effective. De plus, après restauration à l'intérieur même de bandes de transition Cube/G $\{011\}\langle 100 \rangle$ (voisins de grains déformés orientés C et/ou S), une germination et une croissance rapides de l'orientation Cube sont observées. Nous pouvons ainsi parler de germination et croissance orientées.

Après considération des différents mécanismes de germination, la simulation Monte-Carlo permet de reproduire approximativement la texture et la microstructure développées au cours de la recristallisation après déformation du cuivre à $\Delta = 70 \%$. Cependant, le caractère dispersé de la texture de recristallisation est difficile à obtenir. Le processus de maclage, actif au cours de la recristallisation, peut en être la cause, et doit être considéré par la suite.